

Universidade Nova de Lisboa
Faculdade de Ciências e Tecnologia
Departamento de Conservação e Restauro

Estudo da Aplicação de Materiais Adesivos Termofusíveis na Conservação de Papel Vegetal

Ana Catarina Machado Monteiro Ferreira Gonçalves

Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa
para obtenção do grau de Mestre em Conservação e Restauro (Área de Documentos Gráficos)

Orientador: Professora Doutora Ana Maria Ramos (FCT/UNL)

Co-Orientadores: Dr^a. Lúcia Moutinho Alberto (DIBA/IHRU) e Dr^a. Conceição Casanova (AHU/IICT)

Lisboa

(2010)

AGRADECIMENTOS

Gostaria de começar por agradecer à minha Orientadora, Professora Doutora Ana Maria Ramos (Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa: FCT/UNL)), e Co-Orientadoras, Dr^a Lúcia Moutinho Alberto (Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos do Instituto da Habitação e da Reabilitação Urbana: DIBA/IHRU) e Dr^a Conceição Casanova (Instituto de Investigação Científica Tropical), por todo o apoio e orientação durante o meu trabalho.

Agradeço ao Coordenador, Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos do Instituto da Habitação e da Reabilitação Urbana, Doutor João Vieira, pelo incentivo neste projecto e pela disponibilidade institucional; à Dr^a Joana Martins, Dr^a Élia Roldão, Dr^a Ana Coelho (DIBA/IHRU) e Estér Martins (IPT) todo o apoio, sugestões, paciência e amizade.

Agradeço ao Director do Laboratório de Conservação e Restauro José de Figueiredo, Professor Doutor António Candeias e Ana Margarida (IMC) pela ajuda nos ensaios de envelhecimento acelerado, bem como do empréstimo da câmara de envelhecimento acelerado; à Dr^a Sílvia Sequeira (IICT) pelo auxílio e sugestões durante o trabalho; agradeço ainda ao Doutor Engenheiro José Carlos Rodrigues (IICT) e ao Doutor Jorge Gominho (ISA) pela ajuda na realização dos ensaios de tracção; à Dr^a Teresa Quilhó (IICT) e Cristiana Alves (ISA) pela ajuda na identificação das fibras.

Aproveito ainda para agradecer à Célia Cardoso da *Neschen*[®] Portugal, pela cedência de amostra de adesivo para este estudo.

Gostaria de agradecer por fim à minha família, Pais, Avós e Irmãos por todo o apoio, amizade, paciência e ajuda durante o curso, e ainda aos meus amigos (Pedro Antunes, Raquel Santos, Filipa Pacheco, Vera Lory, Vanessa Otero, Andreia Machado) e restantes colegas de curso.

SUMÁRIO

Com o presente trabalho pretende-se apresentar e discutir a problemática da utilização de materiais adesivos termofusíveis para reforço na conservação e restauro de papel vegetal. Este estudo revela-se importante uma vez que a informação que existe sobre o assunto é limitada, e os materiais adesivos em análise são recentes (Archibond Heat Set Tissue® e Filmoplast R®).

Foram estudadas peças pertencentes ao arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos, do Instituto da Habitação e da Reabilitação Urbana, e o seu comportamento comparado com materiais novos (papel vegetal e adesivos). Todos os materiais foram analisados através das técnicas de micro-espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, colorimetria, microscopia óptica e medição do pH, de modo a identificar-se a composição do papel e dos materiais adesivos; foram também caracterizadas as propriedades químicas e físicas mais básicas. Os resultados da análise do comportamento dos adesivos já aplicados em peças de suporte vegetal desse arquivo foram comparados com o de amostras novas (reforçadas com adesivo) sujeitas a envelhecimento acelerado, utilizando os dois tipos de adesivos. Nem nas amostras do arquivo, nem nas envelhecidas foram detectadas alterações significativas a nível molecular, tanto nos papéis vegetais como nos adesivos.

Verificou-se que o envelhecimento do papel e dos adesivos, nas condições realizadas influencia de forma pouco significativa as propriedades de resistência mecânica, a cor e o pH e que o comportamento dos adesivos foi semelhante. Relativamente à reversibilidade dos adesivos observou-se remoção de todos eles, ainda que com diferentes solventes.

Foi aceite uma comunicação em painel numa conferência internacional: Catarina Gonçalves, Ana Maria Ramos, Conceição Casanova e Lúcia Moutinho Alberto, *Study on the Application of Heat Set Adhesives in Conservation of Tracing Paper*, ICOM-CC 16th Triennial Conference, Lisboa, Portugal, 19-23 de Setembro de 2011.

ABSTRACT

This study will present and discuss the problematic about the use of Heat Set Adhesives in conservation and restoration of tracing paper. This study proved to be important since the information that existed on this subject is limited, and the adhesives materials under study are recent.

The materials, namely, the tracing paper documents with adhesives of national archive of Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos do Instituto da Habitação e da Reabilitação Urbana, and pristine materials (tracing paper, Archibond Heat Set Tissue[®] and Filmoplast R[®]) were analyzed by micro-infrared spectroscopy with attenuated total reflectance, optical microscopy, and measurements of color and pH. The physical behavior of adhesives applied in tracing papers of national archive was compared with the performance of pristine samples (reinforced with the two types of adhesives) and submitted to normalized accelerated ageing. Neither in samples of archives, nor in aged samples were detected considerable changes in the material at molecular level; the physical behavior of tested adhesives was similar for both of them, and they were reversible, although with different solvents. In the studied tracer papers and adhesives the variation in color and in acidity was not very significant.

It was accepted a communication to an international conference: Catarina Gonçalves, Ana Maria Ramos, Conceição Casanova and Lúcia Moutinho Alberto, *Study on the Application of Heat Set Adhesives in Conservation of Tracing Paper* at ICOM-CC 16th Triennial Conference, Lisbon, Portugal, September 19-23, 2011.

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS	1
SUMÁRIO	2
ABSTRACT	3
INTRODUÇÃO	5
Laminação	5
Papéis	6
Papel Vegetal	6
Papel Japonês	7
Materiais Adesivos	8
Archibond Heat Set Tissue®	9
Filmoplast R®	9
Lamatec® e Crompton®	9
Breve Descrição do Arquivo	10
Condições de Envelhecimento Acelerado	10
PARTE EXPERIMENTAL	11
Caracterização física e química dos Papéis Vegetais e dos Adesivos	12
Fotografia com luz visível	12
Micro Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (μ -FTIR-ATR)	12
Colorimetria	13
Microscopia Óptica	13
Medição de pH	13
Análise gravimétrica	14
Ensaio Mecânicos sobre as amostras sujeitas a envelhecimento acelerado	14
Ensaio de Tracção sobre o papel	14
Ensaio de Remoção dos adesivos das amostras sujeitas a envelhecimento acelerado	14
Imersão em solvente	14
Métodos tradicionais de C&R	14
RESULTADOS E DISCUSSÃO	15
Caracterização física e química dos Papéis Vegetais	15
Micro Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (μ -FTIR-ATR)	15
Colorimetria	15
Microscopia Óptica	16
Medição de pH	16
Caracterização física e química dos Adesivos	17
Micro Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (μ -FTIR-ATR)	17
Colorimetria	19
Microscopia Óptica	19
Medição de pH	21
Ensaio Mecânicos sobre as amostras sujeitas a envelhecimento acelerado	22
Ensaio de Tracção sobre o papel com aplicação dos adesivos	22
Ensaio de Remoção dos adesivos das amostras sujeitas a envelhecimento acelerado	24
Imersão em solvente	24
Métodos tradicionais de C&R	27
CONCLUSÕES	28
BIBLIOGRAFIA	30
ANEXOS	32
Anexo I – Imagens das Amostras de Papéis Vegetais e Adesivos	33
Anexo II – Caracterização física e química dos Papéis Vegetais	35
FTIR-ATR	35
Colorimetria	36
Anexo III – Caracterização física e química dos Adesivos	37
FTIR-ATR	37
Colorimetria	39
Anexo IV - Ensaio de Remoção dos adesivos das amostras sujeitas a envelhecimento acelerado	40
Imersão em solvente	40

INTRODUÇÃO

Quando pensamos em preservação de bens culturais ou mesmo de acervos privados, não podemos pensar num curto prazo. O nosso alvo deve ser no mínimo de 100 anos [1].

De modo a preservar os acervos temos, antes de tudo, de compreender o comportamento e processo de envelhecimento dos materiais a utilizar, devendo a primeira medida a adoptar-se ser o estudo destes materiais. Deste modo, com este trabalho, pretendeu-se estudar os materiais adesivos termofusíveis utilizados na conservação e preservação de documentos gráficos, mais concretamente os utilizados em papel vegetal.

Começou-se por observar algumas peças intervencionadas, desde o ano de 1999, com um adesivo termofusível, no arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos pertencente ao Instituto da Habitação e da Reabilitação Urbana (DIBA/IHRU), sediado no Forte de Sacavém, de modo a perceber o seu método de aplicação e o seu comportamento ao longo do tempo.

Laminação

A laminação é um método de reforço de documentos em papel, num ou em ambos os lados, com um material de suporte adesivo, visando melhorar a resistência e, consequentemente a protecção e a conservação dos referidos documentos [2 -4]. De uma forma geral o termo laminação é utilizado como traduzindo um revestimento completo da peça de ambos os lados, sendo o termo reforço para aplicações em apenas um dos lados e as reintegrações ou consolidações pontuais apenas para pequenas intervenções. Neste trabalho, dado que o reforço a estudar poderá ser de qualquer um dos tipos será utilizado o termo laminação. O material a utilizar deve ser fino e transparente, podendo o adesivo ser activado por calor. Esta técnica exige algum conhecimento dos materiais, uma vez que pode provocar mudanças no aspecto do documento, nomeadamente uma aparência plástica, anulação da textura original do papel e aumento da espessura do mesmo, bem como ainda problemas de reversibilidade do adesivo, o que pode danificar o documento [2 – 4].

A técnica evoluiu ao longo do tempo e os materiais de reforço a utilizar foram sendo alterados [2]. A preocupação na preservação dos documentos levou a que em finais do século XIX se começasse a utilizar materiais de laminação em bibliotecas e arquivos [5].

Na década de vinte do século XX começou-se a utilizar o acetato de celulose, mas só em 1940 é que William Barrow, considerando a laminação com adesivos termofusíveis como o melhor método para a conservação, conseguiu disseminar o método entre as bibliotecas e arquivos [5]; anteriormente já se executava laminação com seda e cola de amido. Mais tarde a utilização do acetato de celulose foi substituída pela utilização do polietileno, que permitiu a obtenção de melhores resultados nos tratamentos aplicados em diferentes centros por toda a Europa, devido à sua baixa densidade, além de criar uma boa união com o documento, aumentando assim a resistência mecânica e durabilidade dos mesmos [2, 3].

No início do século XX foram produzidas as resinas acrílicas e vinílicas, mas só mais tarde é que foram comercializadas e produzidas como adesivos, entre os quais os adesivos aplicados a quente (*Heat Set*) na década de 30. Inicialmente utilizaram-se os adesivos vinílicos, ou seja com um polímero vinílico, preparado através da polimerização do acetato de vinilo (em 1912), mas só na década de 50 é que se iniciou a sua utilização como adesivos para consolidações e laminações (por

exemplo os adesivos *Lamatec*[®] e *Crompton*[®]). Também na mesma altura recorreu-se à utilização de homopolímeros acrílicos, no entanto só na década de 60 é que se começaram a utilizar os copolímeros acrílicos. Contudo a composição exacta destes produtos é pouco conhecida e o seu custo elevado, apesar de o método de aplicação ser bastante fácil e simples [4, 6 – 8].

As dispersões vinílicas são utilizadas em conservação e restauro, como adesivos, para reforço de livros e encadernações, reforço de pinturas e como consolidante em geral. As dispersões de Poli(acetato de vinilo) (PVAc) são susceptíveis à degradação térmica, a qual pode levar à produção de ácido acético e amarelecem com o envelhecimento [8].

Os acrílicos caracterizam-se pela sua excelente resistência ao envelhecimento. São estáveis à luz, resistentes a altas temperaturas, à oxidação, e não apresentam tendência para amarelecer [9]. No entanto alguns testes realizados provam que as dispersões acrílicas tendem a amarelecer quando expostas à luz ultravioleta durante o envelhecimento acelerado. Horie afirma que as propriedades das dispersões acrílicas são muito variáveis, dependendo muitas vezes de lote para lote. Sabe-se ainda que as dispersões acrílicas são muito utilizadas como *heat set adhesives*, adesivos líquidos e consolidantes para papel [10].

Os adesivos termofusíveis são muito utilizados, contudo o impacto destes materiais nos documentos, a médio e longo prazo ainda está por determinar.

Em Portugal só por volta dos finais da década de setenta e inícios da década de oitenta é que se começou a utilizar este tipo de materiais na prática de conservação e restauro de documentos gráficos.

Actualmente são utilizados maioritariamente dois adesivos termofusíveis na conservação de papel vegetal, o *Archibond Heat Set Tissue*[®], originário de Inglaterra e produzido pela marca *Preservation Equipment Ltd (PEL)*[®] e o *Filmoplast R*[®], originário da Alemanha e fabricado pela *Neschen*[®].

Papéis

Papel Vegetal

Todos os trabalhos de arte realizados em suporte de papel são muito susceptíveis a alterações físicas e químicas, particularmente quando expostos a variações de temperatura, humidade relativa e gases poluentes que existem no ar. Por esta razão, nas intervenções de conservação e restauro, recorre-se a materiais que sejam química e fisicamente estáveis [11].

O papel, de um modo geral, é obtido através de um processo contínuo de fabricação em massa com o uso de fibras de celulose provenientes principalmente da madeira, de baixa qualidade e custo [1]. Relativamente ao papel vegetal sabe-se que a tentativa de produção de papéis transparentes data da Idade Média, uma vez que as referências que remontam a essa época dão conta da produção do primeiro suporte transparente de papel e de pergaminho, por impregnação com óleos ou resinas. No século XIX, houve um ponto de viragem na produção do papel transparente, reflectindo as inovações introduzidas pelo fabrico mecânico do papel [12]. O papel vegetal seguiu-se à produção de papel de polpa mecânica, sendo que David Hunter propõe 1862 como a data do início da produção do papel vegetal para uso profissional. No entanto os *National Archives*, no Reino Unido propõem a data de 1820, uma vez que existe um mapa em papel vegetal datado de 1829 [13].

O papel vegetal apresenta excelentes propriedades ópticas. A polpa é intensamente batida com um batedor tipo *Hollander* (figura 1), que torna as fibras planas, como fitas, e os interstícios entre as fibras muito fechados. Este processo produz fibras muito fibriladas, originando pequenos fragmentos de fibras, que se intercalam uns com os outros formando uma rede muito fina e aglomerada. Por fim a polpa é compactada. A folha de papel vegetal é isenta de interstícios livres, o que faz com que a luz passe directamente através da folha tornando-a transparente [13].



Figura 1 - Hollander

No final da produção da folha podem ser adicionados (por impregnação) óleos ou resinas (bálsamo do Canadá, resina dâmar, óleo de linho, entre outros), que quando expostos ao ar, secam, produzindo deste modo o papel transparente. A folha também pode sofrer um tratamento químico com ácidos, que a torna transparente. Uma terceira técnica consiste na adição de óleos, resinas ou ceras, ao mesmo tempo que a polpa é batida. A distinção entre estes três métodos é bastante difícil de realizar. Porém, o resultado final é uma superfície dura, mas lisa para trabalhar. É também fina e transparente, e por isso fácil de reproduzir, tornando-se um material ideal para trabalhar desenhos [13, 14].

Na Europa o papel vegetal deriva de pasta de pinho (*pinewood pulp*), importada da Escandinávia, que após ser muito refinada, é transformada em folhas, que são impregnadas com óleos, mistura de óleos ou resinas [15].

Em todo o mundo os conservadores têm problemas na conservação de peças em papel vegetal, uma vez que este é bastante sensível à água e apresenta baixa estabilidade física [16].

Papel Japonês

Embora hoje em dia a madeira seja o material mais utilizado na produção de papel, também se podem utilizar fibras de outras plantas, principalmente as que não são de madeira [17].

Os papéis japoneses finos utilizados para reforço e laminação, tipo *tissues*, devem apresentar boas propriedades físicas e químicas, devem ser fortes, finos, flexíveis, inertes quimicamente e transparentes (após aplicação com um adesivo) [18].

Estes papéis são muito utilizados nas intervenções de conservação e restauro de acervos históricos, nomeadamente livros, documentos e obras de arte, uma vez que são quimicamente estáveis e resistentes, podendo ser considerados um material com qualidade de arquivo uma vez que ajudam a prolongar a longevidade dos acervos documentais [1].

Grande parte da produção dos papéis japoneses é normalmente realizada de forma manual, folha a folha, e com fibras vegetais muito longas e estáveis. As fibras de plantas, que não são madeira, mais utilizadas na produção destes papéis são o *kozo* (ou *paper-mulberry*), *mitsumata* e *gampi*, e podem ser originárias de fibras que se encontram no interior da casca de plantas herbáceas, arbustos e algumas plantas dicotiledóneas [1, 17].

A selecção das fibras pode ser dividida em quatro grupos, dependendo da tipologia da planta e da sua localização na mesma, nomeadamente, “*Grass Fibers*” (erva/relva), “*Bast Fibers*” (entre casca), “*Leaf Fibers*” (folha) e “*Fruit Fibers*” (fruta), sendo que as fibras referidas anteriormente se localizam na “*Bast Fibers*”, mais concretamente no floema (figura 2), que se situa entre a casca e a parte exterior do câmbio, e que é o tecido condutor de alimento [17].

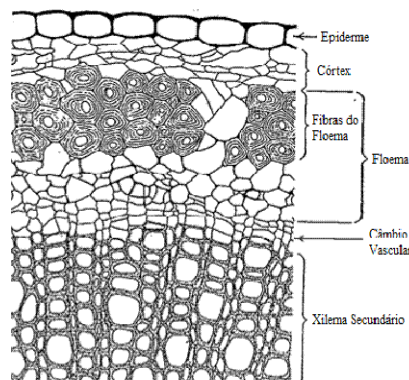


Figura 2 – Esquema geral de um corte de uma planta.

Durante as últimas décadas a produção de pastas, com este tipo de fibras, aumentou significativamente, sendo a China o principal produtor destas pastas, com cerca de 55,2% da produção mundial em 1987 [17].

O papel *kozo* é muito utilizado em várias técnicas de conservação de papel, porque é resistente, apresenta fibras longas (10-15 mm) e é maleável. É muito usado na consolidação e reforço de rasgões e na união das guardas às pastas. As fibras de *kozo* estão presentes no fabrico de muitas variantes de papel, nomeadamente: *tengu-jo*, *kurotani kozo*, *sekishu hashi mare*, *kurotani* e *usumino* [11, 19].

O *gampi* é pouco utilizado pelos conservadores, no entanto recorre-se a este material para intervenções em pergaminho [19].

O *mitsumata*, tal como o *gampi*, não é muito utilizado. Contudo pode-se recorrer a este material quando se pretendem fazer intervenções em papel envelhecido, uma vez que apresenta uma cor que se ajusta melhor com a dos papéis antigos. Este material é menos resistente que o *kozo* [19].

Materiais Adesivos

Os materiais adesivos em estudo são compostos por um *tissue* que é revestido de um dos lados com um adesivo polimérico. A aplicação do calor, que permite a adesão do adesivo ao documento a ser intervencionado, é feita do lado do *tissue* que não tem adesivo (figura 2). Foram estudados quatro adesivos comerciais, nomeadamente *Archibond Heat Set Tissue*[®], *Filmoplast R*[®], *Lamatec*[®] e *Crompton*[®] (dos quais os dois últimos já não são comercializados).

Os adesivos *Archibond Heat Set Tissue*[®], *Lamatec*[®] e *Crompton*[®] apresentam uma película que protege o adesivo e deve ser retirada no momento de aplicação do adesivo nas peças a intervencionar (figura 3).



Figura 3 – Esquema dos materiais adesivos.

Da investigação realizada aos arquivos das aquisições de material do DIBA/IHRU observou-se que o nome comercial do adesivo por eles actualmente utilizado se foi alterando ao longo do tempo:

- Maio de 1999 – *Crompton Tissue* (ref^a 533 – 7410, fornecedor Seta Trading, Lda., Porto)

- Novembro de 2002 - *Archibond Heat Set Tissue*[®] (ref^a 533 – 7410, fornecedor Apelabor, Material de Laboratório, Lda., Sintra)
- Novembro de 2005 - *Archibond Heat Set Tissue*[®] (ref^a 533 – 7400, fornecedor Apelabor, Material de Laboratório, Lda., Sintra)
- Actualmente - *Archibond Heat Set Tissue*[®] (ref^a 533 – 7410 (25m), ref^a 533 – 7400 (100m) fornecedor Futurdidact, Amadora)

Posteriormente e com base no trabalho experimental realizado, verificou-se que os adesivos retirados das peças intervencionadas desde 1999 apresentam a mesma composição química.

Archibond Heat Set Tissue[®]

Adesivo termofusível produzido pela marca *Preservation Equipment Ltd (PEL)*[®], é utilizado para laminação, pequenas reparações ou para reforço de documentos. Este adesivo produz uma laminação praticamente indetectável na reparação de documentos, uma vez que o adesivo é fino e transparente. No entanto apresenta boas capacidades para protecção dos mesmos. Apresenta um valor de pH neutro (pH≈7). *Archibond Heat Set Tissue*[®] é revestido de um dos lados com adesivo acrílico puro, que é reversível (mesmo após envelhecimento artificial) com *mineral spirits*, através da imersão do documento no solvente. No entanto há que ter atenção às tintas à base de álcoois, uma vez que são solúveis nestes solventes. A reparação é facilmente aplicada com uma espátula quente (laminacões totais requerem uma prensa), com temperatura entre 80°-90°C, por um período de 15 a 20 segundos. O produtor do material refere que o *tissue* vem sob uma folha de suporte que deve ser removida antes da aplicação no documento, não existindo qualquer outra informação adicional disponível [20, 21].

Filmoplast R[®]

Adesivo produzido pela marca *Neshen*[®], é constituído por *Japanese Mulberry tissue* de 8,5g/m², *acid-free*, transparente, fino e flexível, e por adesivo acrílico de pH neutro, que não amarelece e não contém solventes. É activado pelo calor a aproximadamente 115°C (temperatura de selagem). Está isento de lenhina e hemicelulose, contendo um alto teor de celulose alfa. É reversível com álcool, acetona ou calor (método recomendado pelo fabricante). Pode ser utilizado para restaurar pequenas lacunas ou rasgos de documentos frágeis ou deteriorados, ou para laminação, onde o documento mantém as suas características originais após a aplicação do adesivo. Apresenta boas qualidades de envelhecimento e de resistência à tracção. No entanto a marca refere que o adesivo tem um “tempo de vida” de quatro anos [22].

Lamatec[®] e *Crompton*[®]

Lamatec[®] e o *Crompton*[®] são adesivos que foram manufacturados pela *Archival Aids Branch* da *Ademco*[®] e por outra instituição Britânica, com o objectivo de criação de um filme adesivo activado por calor para uso em conservação. O filme adesivo é composto por homopolímero de acetato de vinilo (PVAc). O filme adesivo vem sob um suporte de silicone, o qual tem de ser removido antes da aplicação do adesivo.

Este adesivo também existe sobre outros suportes, nomeadamente um *Tissue*, designado igualmente por *Crompton*[®].

O adesivo pode ser aplicado em documentos através da activação por calor (80°-90°C) de uma prensa ou de uma espátula quente. O adesivo é solúvel e reversível, mesmo após envelhecimento, em álcool etílico ou álcool industrial desnaturado (produzido pela *Ademco*) e apresenta um pH neutro. O fabricante afirma que o adesivo apresenta resultados positivos nos testes de rasgamento e dobragem, mesmo após envelhecimento acelerado, até cerca de 170 anos, e não tem apresentado fragilização ou descoloração nos documentos laminados com o material adesivo [8].

Breve Descrição do Arquivo

O arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos pertencente ao Instituto da Habitação e da Reabilitação Urbana alberga cerca de um milhão de peças desenhadas provenientes de várias entidades públicas e privadas.

Existe uma separação das peças por formatos (rolos, A₀, A₁, A₂, A₃ e A₄) que estão armazenadas em dois depósitos. No Depósito 1, também designado por Depósito de Peças Estáveis, estão armazenados os desenhos originais, em que a matéria de registo (tinta da china, grafite, carvão, aquarela, entre outras matérias de registo estáveis) é aplicada directamente sobre o suporte. Este depósito contém as seguintes cotas: (Cota 1 (Des1): papel, papel vegetal e cartolina, Cota 3 (Des3): tela, Cota 10 (Des10): acetato de celulose, Cota 11 (Des11): poliéster). No Depósito 2, também denominado por Depósito de Peças Instáveis, estão armazenadas as foto-reproduções, cujas matérias de registo podem ser obtidas por processos fotoquímicos (a mancha gráfica é formada por sais diazónicos ou sais de ferro) ou por processos fotomecânicos (a mancha gráfica é formada por toner ou tinta de impressão), e os suportes encontram-se divididos pela Cota 2 (Des2): *reprolares*, Cota 4 (Des4): *amocês*, Cota 5 (Des5): *ozalid* e vegetais heliográficos, Cota 6 (Des6): *marions* ou blueprints, Cota 7 (Des7): fotocópias, Cota 8 (Des8): telas heliográficas e Cota 9 (Des9): peças em estudo (suportes ou processos invulgares) [23].

As condições ambientais estabelecidas variam para cada um dos Depósitos, sendo que no Depósito 1 a humidade relativa (HR) estabelecida é de 50%, podendo variar $\pm 5\%$ (entre 45% e 55%) e a temperatura (T) estipulada é de 18°C, podendo variar $\pm 1^\circ\text{C}$ (entre 17°C e 19°C), no Depósito 2 as condições ambientais apresentam valores inferiores, nomeadamente HR cerca de 40%, também com uma possibilidade de variação de $\pm 5\%$ (35% a 45%) e temperatura: 16°C, com variações de $\pm 1^\circ\text{C}$ (15°C a 17°C) [23]. Ambos os depósitos encontram-se equipados com um sistema de arrumação das peças em estantes com gavetas horizontais e intercaladas com papel de conservação e dispõem de um sistema de iluminação que só acende quando detecta movimento e durante um curto período de tempo, encontrando-se assim as peças protegidas da luz. Estas condições são muito importantes para uma boa preservação dos documentos gráficos.

Algumas das peças em suporte de papel vegetal (Cota 1 (Des1)), começaram a ser intervencionadas em 1999 com *Archibond Heat Set Tissue*® na Área de Preservação e Conservação de Documentos Gráficos.

Condições de Envelhecimento Acelerado

Prever o que irá acontecer aos materiais passado o seu tempo previsível de duração é um desafio e uma preocupação de muitos cientistas e conservadores-restauradores [10]. É difícil prever, com segurança o tempo de vida exacto de uma amostra de papel. Contudo, através de ensaios de

envelhecimento acelerado é possível distinguir amostras com tempo de vida mais longo de amostras com tempo de vida mais curto, ou seja menos estáveis. Através desses ensaios, em que um material é exposto a um ambiente que aumenta a sua velocidade de degradação, sem alterar a sua natureza é possível estudar o seu comportamento, reacções químicas que possa sofrer e compará-lo com outros sujeitos apenas ao envelhecimento natural. Desta forma num curto período de tempo, é possível realizar previsões relativamente à permanência e durabilidade dos materiais em armazenamento [24 – 27].

Durante longos períodos de armazenamento o papel diminui a sua resistência mecânica, sobretudo a flexibilidade, o que consequentemente se traduz na variação de todas as outras propriedades físicas [24 – 26].

Como valor de referência é aceitável considerar, que o aquecimento do papel durante três dias (72 horas) a 100°C equivale a aproximadamente vinte e cinco anos sob condições normais de armazenamento em biblioteca. Arrhenius provou quantitativamente que a velocidade de uma reacção química aumenta exponencialmente com o aumento da temperatura. Assim, através da temperatura, seria possível calcular o tempo natural correspondente ao tempo de envelhecimento acelerado. Contudo existe ainda a variável da humidade relativa que torna a lei de Arrhenius insuficiente, pelo que a previsão da correspondência do tempo de envelhecimento acelerado com o envelhecimento natural se torna muito difícil [28].

PARTE EXPERIMENTAL

O estudo começou por um levantamento das peças em depósito definitivo do arquivo do DIBA/IHRU, as quais foram seleccionadas inicialmente pelo conservador-restaurador que as intervencionou, de acordo com o período em que prestou serviços na instituição. De seguida, entre as peças intervencionadas por esse técnico foram seleccionadas as peças tratadas com o adesivo e o suporte que se pretende estudar. Por último, e prevendo a existência de muitas peças intervencionadas, estas foram seleccionadas por formatos, de modo à amostragem ser o mais representativa possível, desde o formato A₄ até ao rolo, tendo-se optado pela escolha de uma peça de cada formato.

Resultou um total de noventa e quatro peças a estudar, das quais foram registadas todas as patologias e modo de aplicação do adesivo.

Dada a limitação de tempo, e não sendo viável a análise e estudo das noventa e quatro peças, foi posteriormente feita uma segunda selecção das mesmas, das quais se recolheram pequenas amostras. Essa selecção foi feita segundo a espessura do papel e segundo o seu aspecto físico, ou seja as peças que à vista desarmada apresentavam características diferentes. Desta selecção resultou um conjunto de dezoito peças finais analisadas.

De modo a facilitar a organização dos métodos de exame e análise, separaram-se as análises em dois grupos os suportes e os adesivos. Os suportes foram separados por: **finos** (0,05-0,06 mm) sete amostras (*Amostra 1 a Amostra 7*); **médios** (0,07-0,09 mm) seis amostras (*Amostra 8 a Amostra 13*) e **grossos** (0,10-0,12 mm) cinco amostras (*Amostra 14 a Amostra 18*) resultando num total de 18 amostras de papel recolhidas de peças pertencentes ao arquivo DIBA/IHRU (tabela I. 1, anexo I) e uma amostra de *papel novo* com 80-85g/m². Os adesivos foram separados por: **amostras**

novas, 2 amostras de adesivos novos (*Archibond Heat Set Tissue*[®] e *Filmoplast R*[®]); **amostras já aplicadas**, 10 amostras de adesivos retirados das peças (*Adesivo 1*, *Adesivo 3*, *Adesivo 5*, *Adesivo 6*, *Adesivo 8*, *Adesivo 9*, *Adesivo 11*, *Adesivo 13*, *Adesivo 15* e *Adesivo 18*), e **amostras datadas**, mas nunca antes aplicadas, 4 amostras, sendo duas de *Achibond Heat Set Tissue*[®] tingido (dois tipos de tingimento), datadas do ano 2000; uma de *Lamatec*[®] e outra de *Crompton*[®] (as duas última datadas da década de 80 do século XX), resultando assim num total de 16 amostras de adesivos (tabela I. 2, anexo I).

Todas estas 35 amostras foram analisadas por μ -FTIR-ATR, observação por microscopia óptica, registados os parâmetros de cor e medido o pH.

De modo a estudar-se o comportamento do adesivo desenvolveu-se o *design* de uma experiência de envelhecimento acelerado com papéis e adesivos novos, segundo uma norma ISO (ISO 5630-3:1986), 65% de Humidade Relativa e 80°C de Temperatura, com ciclos de 144h (6 dias). Utilizou-se uma Câmara de Envelhecimento Fitoclima 150 EDTU, Cimplus IV.

Esta norma é comumente aceite, embora não exista na literatura uma correlação exacta entre as suas condições e o tempo real de envelhecimento.

Todas as amostras são compostas por papel vegetal de gramagem 80-85g/m² e adesivo (*Archibond Heat Set Tissue*[®] ou *Filmoplast R*[®]), aplicado a quente com espátula. Prepararam-se três séries de amostras diferentes: aos zero dias (tempo zero) produção de amostras de papel novo e amostras de papel novo com adesivos novos; aos seis dias (1º ciclo de envelhecimento acelerado) produção de amostras de papel envelhecido e amostras de papel envelhecido com adesivos novos; e aos doze dias (2º ciclo de envelhecimento acelerado) produção de amostras de papel envelhecido segunda vez e amostras de papel envelhecido com adesivos envelhecidos (figura 3).

A segunda série de amostras simula uma situação real em que o conservador-restaurador intervencionar uma peça (já envelhecida pelo tempo) com um adesivo novo. A terceira série de amostras simula as peças intervencionadas e já com algum tempo de envelhecimento do adesivo em contacto com o papel.

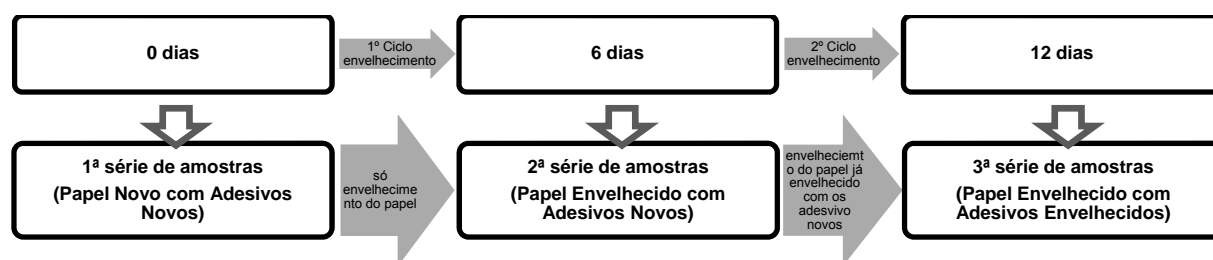


Figura 4 – Esquema do ensaio de envelhecimento acelerado das amostras novas.

Caracterização física e química dos Papéis Vegetais e dos Adesivos

Fotografia com luz visível

Todas as peças e amostras foram registadas fotograficamente com luz visível.

Micro Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (μ -FTIR-ATR)

Os espectros de absorção de Infravermelho com transformada de Fourier foram obtidos pelo modo de reflectância total atenuada (ATR) com um espectrómetro de infravermelho Nicolet Nexus

Continuum, com uma resolução de 8cm^{-1} e 128 scans. Os espectros apresentados encontram-se interrompidos na zona onde foi removido o pico do CO_2 .

Colorimetria

A medição da cor foi feita com o colorímetro da marca Datacolor International, pelo sistema CIELAB, com D65/10.

L^* representa a diferença entre luz (onde $L^*=100$) e escuro (onde $L^*=0$). a^* representa a diferença entre verde ($-a^*$) e vermelho ($+a^*$), e b^* representa a diferença entre amarelo ($+b^*$) e azul ($-b^*$). As variáveis L^* , a^* , b^* ou E^* são representadas como ΔL^* , Δa^* , Δb^* ou ΔE^* , onde $\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})}$ e representa a magnitude da diferença de cor, mas não indica a direcção da diferença de cor [29,30].

As coordenadas de cor foram medidas em todas as amostras em três pontos diferentes.

Nas amostras sujeitas a envelhecimento acelerado as coordenadas de cor foram medidas nas amostras de papel novas (0 dias), com seis dias de envelhecimento (6 dias) e com doze dias de envelhecimento (12 dias), e nos adesivos novos (0 dias) e com seis dias de envelhecimento (6 dias).

Microscopia Óptica

Para a observação dos elementos celulares constituintes dos papéis vegetais e dos suportes dos adesivos adaptou-se a metodologia habitualmente usada para dissociar amostras de madeira, no Centro de Florestas do Instituto de Investigação Científica Tropical, IICT. Pequenos pedaços de amostras foram colocados em frascos devidamente etiquetados, numa mistura de ácido acético e água oxigenada a 30 volumes em partes iguais (ácido peracético). Os frascos tapados com folha de alumínio foram colocados numa estufa a 60° durante 48 horas. Em seguida o material dissociado foi lavado com água corrente e por fim com água destilada ao mesmo tempo que foi sujeito a acção mecânica. Findo o procedimento o material dissociado foi guardado e conservado em frascos identificados, em álcool a 70° . Não tendo sido obtidos os resultados pretendidos com este procedimento para o papel vegetal optou-se por um segundo método, através da dissociação em água durante 2 dias e separação das fibras com auxílio de duas pinças.

Para melhor identificar os elementos celulares das amostras procedeu-se à coloração com o corante Azul Astral. Retirou-se um pouco de dissociado de cada amostra para a montagem em lâminas, o qual foi previamente colocado em tubos, devidamente identificados, permanecendo com o corante alguns minutos.

A observação foi feita com um microscópio Leica DML ao qual se encontra acoplada uma câmara digital Leica DFC 320, e um sistema de análise de imagem com software QWinplus (Leica).

Medição de pH

Para a medição do pH de todos os materiais (papéis vegetais novos e envelhecidos e adesivos novos e envelhecidos) utilizou-se um pH-meter BASIC 20, da marca Crison, com um eléctrodo de cabeça plana, a 25°C . Efectuaram-se três medições em três pontos de cada amostra de papel e adesivo. Nos adesivos efectuaram-se medições no lado do adesivo e no lado do *tissue*.

Análise gravimétrica

As amostras utilizadas para cálculo das gramagens dos papéis e dos papéis com adesivos e as amostras utilizadas nos testes de remoção dos adesivos foram pesadas numa balança *Mettler AE 160*, com quatro casas decimais.

Ensaio Mecânicos sobre as amostras sujeitas a envelhecimento acelerado

Ensaio de Tracção sobre o papel

De modo a testar-se a resistência à tracção do papel com adesivo, foram realizados ensaios de tracção normalizados, baseados na Norma TAPPI T494 (*Technical Association of the Pulp and Paper Industry*), com o Dinamómetro Adamel Lhomargy® Dy 30, com uma célula de carga de 1KN.

As condições do ensaio foram: velocidade: 15,0mm/mn; $\Delta L_{\min.}$: 0,00mm; $F_{\min.}$: 0,0N; ruptura: 5% $F_{\max.}$; $\Delta L_{\max.}$: 9,00mm; $F_{\max.}$: 1000,0N.

As amostras utilizadas nos ensaios de tracção são as que foram sujeitas ao ensaio de envelhecimento acelerado, na forma de provetes normalizados. Foram cortadas em tiras com 1,5 cm de largura e 16 cm de comprimento no sentido da direcção das fibras do papel (comprimento das folhas de papel vegetal).

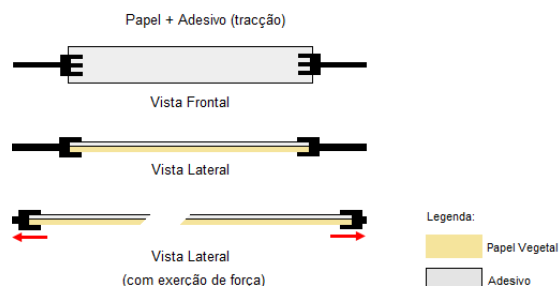


Figura 5 – Esquema do Ensaio de Tracção, segundo norma TAPPI T494.

Ensaio de Remoção dos adesivos das amostras sujeitas a envelhecimento acelerado

Imersão em solvente

As amostras (6 amostras, com 1,5×1,5 cm, de cada série) foram colocadas na estufa a 100°C durante aproximadamente 20h, de modo a extrair o teor de água das fibras, e foram seguidamente pesadas.

Três amostras de cada série foram colocadas, uma a uma, durante 5 minutos em dois solventes recomendados para a remoção do adesivo, nomeadamente: acetona e *white spirit* (é uma mistura saturada de hidrocarbonetos C7-C12, derivada do petróleo).

Deixaram-se as amostras secar ao ar, e seguidamente foram colocadas novamente na estufa, nas mesmas condições e voltaram a ser pesadas.

Métodos tradicionais de C&R

Tal como no processo anterior foram pesadas seis amostras de cada série, resultando num total de 36 amostras, após permanência na estufa a 100°C durante aproximadamente 20h.

A cada amostra foi aplicado calor, com uma espátula quente, e de seguida foi removido o *tissue* com o adesivo com o auxílio de uma pinça. Após este processo, as amostras de papel foram limpas recorrendo-se a um cotonete com solvente (três amostras de cada série com acetona e três com *white spirit*).

No final as amostras foram recolocadas na estufa, sob as mesmas condições, e seguidamente voltaram a ser todas pesadas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização física e química dos Papéis Vegetais

Micro Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (μ -FTIR-ATR)

As 21 amostras de papel vegetal, dezoito das quais peças do arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos, uma de papel vegetal novo e duas de papel envelhecido, com dois ciclos de envelhecimento, foram analisadas por μ -FTIR, em modo ATR. Optou-se por esta técnica, de forma a tentar-se identificar o tratamento de acabamento do papel. No entanto, os resultados obtidos não foram conclusivos relativamente a esta questão.

Após a realização das análises de μ -FTIR, verificou-se que os papéis vegetais novo e envelhecidos e das peças pertencentes ao arquivo do DIBA/IHRU, apresentam espectros semelhantes entre si, e semelhantes ao espectro do papel de filtro de celulose pura (figuras II. 2 e II. 3 no Anexo II). As análises às Amostras 3, 13 e 17 foram excluídas, uma vez que se analisou o material de registo em vez de matéria celulósica, e a Amostra 14 não foi possível analisar por ATR devido à dimensão reduzida da mesma.

A celulose apresenta bandas características: distensão assimétrica do grupo C-C (1160cm^{-1}), distensão assimétrica do grupo C-O-C (1106cm^{-1}), distensão do grupo C-OH (álcoois secundário: 1056cm^{-1} e álcoois primários: 1033cm^{-1}) e flexão do grupo C-H (890cm^{-1}), que podem ser observadas nos espectros da figura 6 [2, 6, 31].

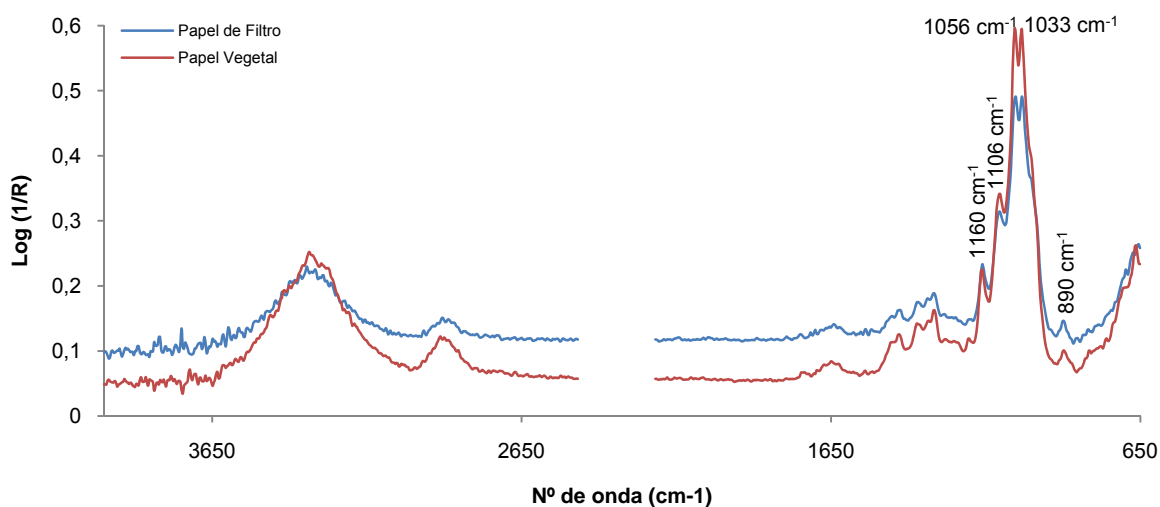


Figura 6 – Espectros de absorção de μ -FTIR do papel de filtro novo e papel vegetal novo.

Confirmou-se assim que os papéis vegetais são compostos por matéria celulósica.

Colorimetria

Efectuaram-se medições de cor nas dezoito amostras das peças do arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos (tabela II. 1, anexo II) e nas amostras de papel vegetal, sendo nestas últimas realizadas medições aos *zero dias*, aos *seis dias* de envelhecimento (1º ciclo de envelhecimento) e aos *doze dias* (2º ciclo de envelhecimento) (tabela 1).

Tabela 1 – Valores dos parâmetros CIELab, obtidos na Colorimetria efectuada para as amostras de papel vegetal, antes e após envelhecimento acelerado.

Provetes de papel vegetal	Parâmetros CIELab (Valor médio ± desvio padrão)			ΔE (variação entre valor inicial (0 dias) e valor final (12 dias))
	L*	a*	b*	
0 dias	93,28±0,03	-0,39±0,02	1,63±0,01	4,23
6 dias	92,62±0,09	-0,36±0,02	3,89±0,08	
12 dias	92,03±0,03	-0,29±0,01	5,67±0,03	

O olho humano apenas detecta variações de cor (ΔE) quando esta apresenta valores superiores a três [29]. A variação de cor entre a amostra de papel vegetal novo e a amostra sujeita a dois ciclos de envelhecimento (doze dias) é visível, porém a sua alteração é muito ténue à vista desarmada (figura 7). Contudo, com o envelhecimento acelerado das amostras de papel vegetal, verifica-se uma diminuição da luminosidade, ou seja uma diminuição dos valores da variável L* e amarelecimento da amostra comprovado com aumento da variável b*. Após a submissão das amostras a envelhecimento acelerado o aumento dos valores desta última variável já era esperado.

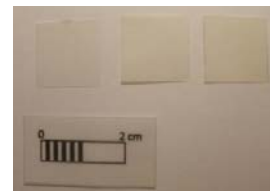


Figura 7 – imagem das amostras de papel vegetal novo (0 dias) e envelhecidos (6 e 12 dias),

Microscopia Óptica

Através da análise às fibras por microscopia óptica pretendeu-se identificar o tipo de fibra presente nos papéis vegetais, através de corte longitudinal, com luz transmitida.

A observação das fibras presentes no papel vegetal revelou-se um processo bastante difícil, uma vez que na produção do papel vegetal as fibras são muito maceradas, ou seja ficam fibras muito pequenas. Esta situação dificulta a sua identificação (figura 8). Contudo foi possível identificar no papel vegetal novo, traqueídeos, elementos de transporte da seiva e de sustentação das árvores coníferas (figura 9), parênquima, elementos condutores e de armazenamento das árvores coníferas (figura 10), e esclereídeo, elementos com origem em parênquima, mas que aumentam muito a sua parede celular através da assimilação de lenhina (figura 11).

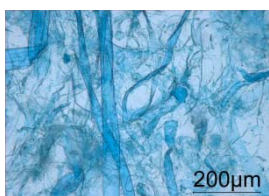


Figura 8 – Imagem das fibras muito maceradas e muito unidas, de uma amostra de papel vegetal novo (ampliação de 50x).

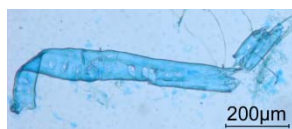


Figura 9 - Imagem de um traqueído presente numa amostra de papel vegetal novo (ampliação de 50x).

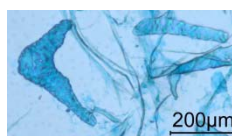


Figura 10 - Imagem de parênquima presente numa amostra de papel vegetal novo (ampliação de 50x).

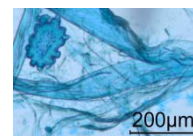


Figura 11 - Imagem de esclereídeo presente numa amostra de papel vegetal novo (ampliação de 50x).

Pode-se assim concluir, através das análises por microscopia óptica, que as fibras existentes na amostra de papel vegetal novo são de pasta de madeira conífera, ou seja resinosa, o que corrobora a informação já mencionada anteriormente, que refere que as pastas de papéis vegetais actuais são de pasta de pinho [15].

Medição de pH

As medições de pH foram efectuadas aos papéis vegetais novo e sujeito a dois ciclos de envelhecimento acelerado, encontrando-se os resultados na tabela 2. Nas amostras de papel das peças pertencentes ao arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos não foi possível efectuar medições devido ao tamanho, muito reduzido das amostras.

Observa-se que todas as amostras apresentam valores de pH ácidos, ou seja inferiores a 7. Verifica-se ainda que as alterações nos valores de pH, com o envelhecimento acelerado dos papéis, são pouco significativas.

Tabela 2 – valores de pH obtidos aos papéis vegetais novo e sujeito a envelhecimento acelerado.

Papel Vegetal	média±desvio padrão
0 dias	5,2±0,3
6 Dias	5,4±0,3
12 Dias	5,3±0,1

Caracterização física e química dos Adesivos

Micro Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (μ-FTIR-ATR)

As dez amostras de adesivos retiradas das peças pertencentes ao arquivo do DIBA/IHRU, e os quatro adesivos comerciais (*Archibond Heat Set Tissue*[®], *Filmoplast R*[®], *Lamatec*[®] e *Crompton*[®]) foram analisados pela técnica de μ-FTIR no modo ATR.

Após as análises de μ-FTIR verificou-se que os adesivos retirados das peças são idênticos entre si e idênticos ao adesivo comercial utilizado pela instituição, *Archibond Heat Set Tissue*[®] (figura III.1, anexo III).

O polímero presente no adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*[®] é o Poli(metacrilato de etilo) (PEMA, do inglês *Poly(ethyl methacrylate)*), pois apresenta as seguintes bandas características: distensão do grupo C-H (3100-2800 cm⁻¹), distensão do grupo C=O (1720 cm⁻¹) (distensão grupo carbonilo do éster), flexão do grupo C-H (flexão simétrica de CH₂ (1442 cm⁻¹) e flexão simétrica de CH₃ (1380 cm⁻¹) e alongamento do grupo C-O (1199 cm⁻¹, 1141 cm⁻¹ e 1022 cm⁻¹), que podem ser observadas na figura 12 [6, 32] (figura III. 3, anexo III).

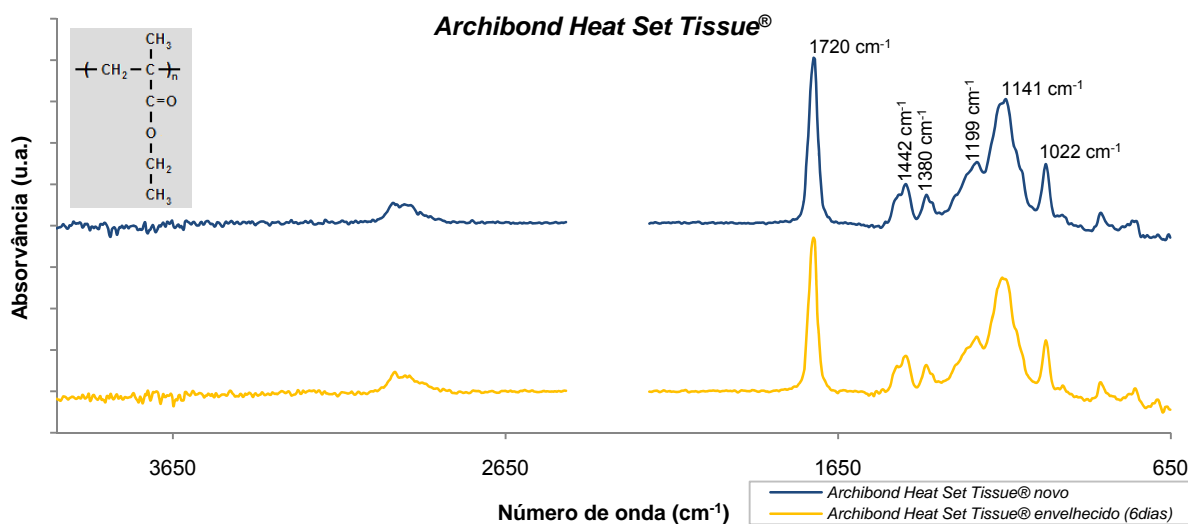


Figura 12 – Espectro de absorção de μ-FTIR do adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*[®] novo e envelhecido.

Em relação ao envelhecimento do adesivo, estes apresentam espectros idênticos antes e após envelhecimento como se pode ver na figura 12. Assume-se assim que o envelhecimento acelerado não provocou alterações ao nível molecular, detectáveis por este método. Também os adesivos *Archibond Heat Set Tissue*[®] com dois tipos de tingimento (Tingido I e Tingido II), datados no início do século XXI, apresentam espectros semelhantes (figura III. 2, anexo III).

A informação obtida pela análise do adesivo por μ-FTIR-ATR está de acordo com a bibliografia, que refere que estamos perante um adesivo acrílico [20, 21].

O polímero presente no adesivo comercial **Filmoplast R®** foi identificado como Poli(acrilato de etilo) (PEA, *Poly(ethyl acrylate)*), uma vez que tem presente as seguintes bandas características: distensão do grupo C-H (2915 cm^{-1} e 2846 cm^{-1}), distensão do grupo C=O (1727 cm^{-1}) (distensão grupo carbonilo do éster), flexão do grupo C-H (flexão simétrica de CH_2 (1450 cm^{-1}) e flexão simétrica de CH_3 (1369 cm^{-1}) e alongamento do grupo C-O (1234 cm^{-1} , 1157 cm^{-1} , 1072 cm^{-1} , 1037 cm^{-1} e 1025 cm^{-1}), que podem ser observadas na figura 13 [6, 32].

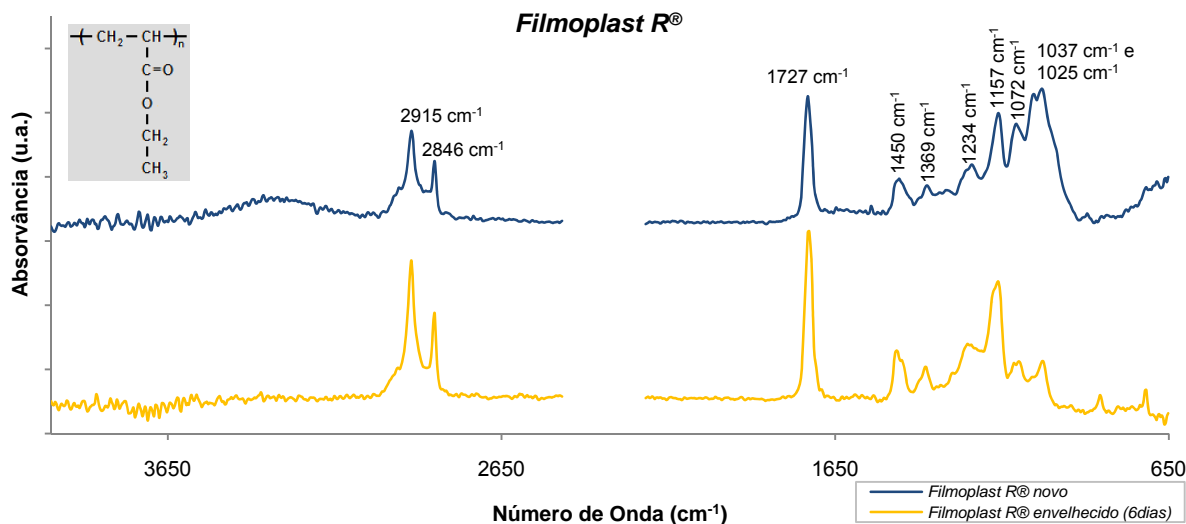


Figura 13 - Espectro de absorção de μ -FTIR do adesivo comercial **Filmoplast R®**. novo e envelhecido.

Em relação ao envelhecimento do adesivo, estes apresentam espectros idênticos antes e após envelhecimento, de acordo com os espectros da figura 13. Assume-se assim que também neste caso o envelhecimento acelerado não provocou alterações muito significativas na estrutura do polímero. No entanto, embora não exista qualquer desaparecimento de bandas ou aparecimento de novas, as correspondentes aos números de onda de 1072 cm^{-1} , 1037 cm^{-1} e 1025 cm^{-1} diminuíram de intensidade, e a correspondente ao número de onda 1157 cm^{-1} aumentou de intensidade.

Conclui-se assim que o material polimérico identificado por μ -FTIR-ATR é um adesivo acrílico, o que está de acordo com a informação encontrada [22].

Os Adesivos **Lamatec®** e **Crompton®** apresentam espectros de μ -FTIR idênticos, os quais podem ser observados na figura 14. As análises foram realizadas no lado do adesivo. É possível identificar na mesma figura os picos característicos do Poli(acetato de vinilo) (PVAc, *Poly(vinyl acetate)*), através da distensão do grupo C-H ($3100\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$), distensão do grupo C=O (1727 cm^{-1}) (distensão do carbonilo do grupo éster), flexão do grupo C-H (flexão simétrica de CH_2 (1427 cm^{-1}) flexão simétrica de CH_3 (1369 cm^{-1})), alongamento do grupo C-O (1226 cm^{-1} , 1095 cm^{-1} , 1079 cm^{-1} , 1022 cm^{-1} e 944 cm^{-1}) e torção do grupo C-H ($750\text{--}700\text{ cm}^{-1}$) [6, 32, 33] (figura III.4, anexo III).

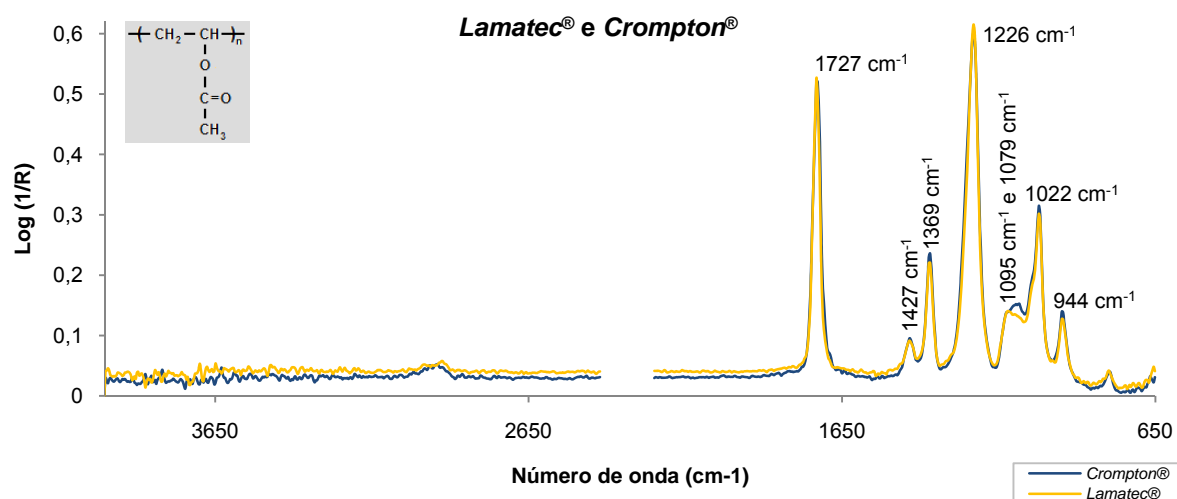


Figura 14 - Espectros de absorção de μ -FTIR dos adesivos comerciais *Lamatec®* e *Crompton®*.

Após a realização das análises de μ -FTIR aos adesivos *Lamatec®* e *Crompton®* confirma-se que o polímero presente é um adesivo vinílico, o que está de acordo com a literatura [8].

Colorimetria

Realizaram-se medições de cor a dez amostras de adesivo de peças do arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos, aos adesivos comerciais *Lamatec®* e *Crompton®* (tabela III. 2, anexo III), e aos adesivos comerciais novos e sujeitos a envelhecimento acelerado *Archibond Heat Set Tissue®* e *Filmoplast R®* (tabela 3).

Tabela 3 – Valores dos parâmetros CIELab, obtidos nas medições de cor efectuadas às amostras dos adesivos comerciais *Archibond Heat Set Tissue®* e *Filmoplast R®*.

Provetes		Parâmetros CIELab (Valor médio \pm desvio padrão)			ΔE (variação entre valor inicial (0 dias) e valor final (6 dias))
		L*	a*	b*	
<i>Archibond Heat Set Tissue®</i>	0 dias	94,38 \pm 0,05	-0,38 \pm 0,01	2,06 \pm 0,05	2,51
	6 dias	93,45 \pm 0,07	-0,43 \pm 0,03	4,38 \pm 0,24	
<i>Filmoplast R®</i>	0 dias	94,47 \pm 0,08	-0,77 \pm 0,03	3,96 \pm 0,12	1,48
	6 dias	93,61 \pm 0,09	-0,69 \pm 0,02	5,17 \pm 0,22	

As variações de cor em ambos os adesivos são pouco perceptíveis à vista desarmada (figuras 15 e 16), e comprovado pelo valor de ΔE inferior a três [29]. Contudo verifica-se uma diminuição, nas duas amostras, do valor de L*, ou seja, diminuição da luminosidade. Relativamente à variável b* as duas amostras sofreram um aumento de valores, havendo uma aproximação à cor amarela. Esta variação já era expectável devido ao envelhecimento.



Figura 15 – Amostras do adesivo *Archibond Heat Set Tissue®* novo e envelhecido durante 6 dias.



Figura 16 - Amostras do adesivo *Filmoplast R®* novo e envelhecido durante 6 dias.

Microscopia Óptica

Com a microscopia óptica pretendeu-se identificar a tipologia das fibras existentes nos *tissue* dos adesivos e no Papel Japonês, através de um corte longitudinal com luz transmitida.

Verificou-se através da observação por microscopia óptica que as fibras existentes no *tissue* deste adesivo comercial **Archibond Heat Set Tissue®**, são de Manila e de Mitsumata. As primeiras são fibras compridas (6000 µm) e direitas, uniformes em largura (figura 18), com terminação pontiaguda (figura 19), sendo as terminações irregulares raras. As segundas são fibras mais curtas (3000µm), e caracterizadas por uma porção central larga, o lúmen pode variar em largura (figuras 20 e 21), as terminações podem ser de várias formas: pontiagudas, redondas, arredondadas, com duas pontas ou com irregularidades (figura 19). Podem ocorrer, ocasionalmente, elementos de vasos ou pequenas fibras nas fibras de Manila e de Mitsumata (figura 17) [17].

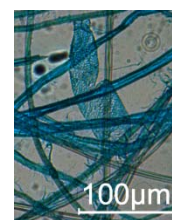


Figura 17 – Imagem de um elemento de vaso na amostra de Archibond Heat Set Tissue® (ampliação de 100x).

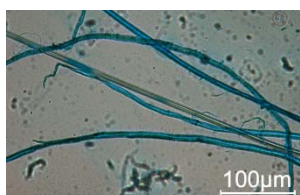


Figura 18 – Imagem das fibras existente no adesivo Archibond Heat Set Tissue® (Manila e Mitsumata) (ampliação de 100x).

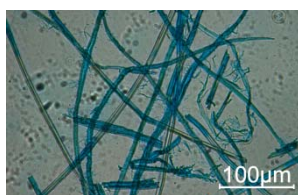
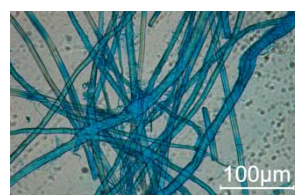
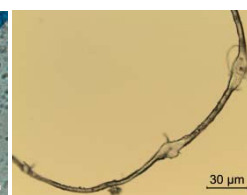


Figura 19 - Imagem em que se podem observar as terminações das fibras de Manila e de Mitsumata (ampliação de 100x).



Figuras 20 e 21 - Imagens em que se pode observar a variação de largura das fibras de Mitsumata (ampliação de 100x e de 200x).



A observação das fibras do adesivo comercial **Filmoplast R®**, através de microscopia óptica, revelou que as fibras existentes no *tissue* que sustenta este adesivo são de Paper-mulberry, fibras compridas (10000µm), com terminações pontiagudas ou arredondadas (figura 22), e existência de espessamentos (figuras 23). Algumas fibras encontram-se envolvidas por uma membrana transparente, característica da perda da parede primária (figura 24). Pode existir presença de células do parênquima, mas é raro uma vez que estas polpas geralmente são bastante limpas, o que coincide com os dados da bibliografia [22].

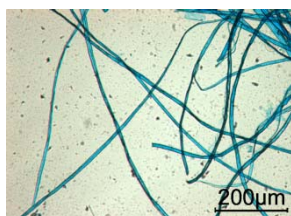


Figura 22 – Imagem das fibras existentes no adesivo Filmoplast R® (ampliação de 50x).

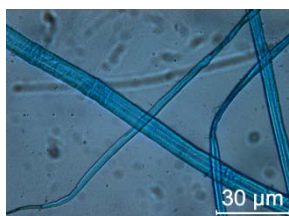


Figura 23 - Imagem das fibras em que é possível ver os espessamentos (ampliação de 200x).



Figura 24 – Imagem de uma fibra de do adesivo Filmoplast R® na qual é possível ver a membrana transparente (ampliação de 200x).

A observação das fibras do *tissue* do adesivo comercial **Lamatec®** revelou-se bastante difícil, uma vez que a amostra não se desfibrilou, ficando um amontoado de fibras, impossíveis de separar (figura 25). Contudo presume-se que exista um elemento característico das polpas de madeira, podendo indicar que o lado do *tissue* da amostra pode ser feito com pasta de madeira (figura 26) [17].

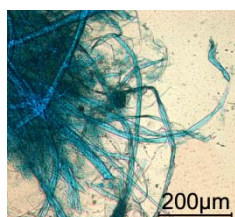


Figura 25 – Imagem do amontoado de fibras da amostra do adesivo Lamatec® (ampliação de 50x).

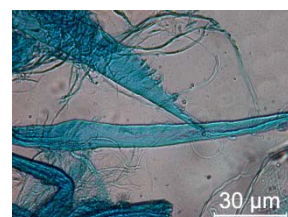


Figura 26 – Imagem de um possível elemento característico das pastas de madeira (ampliação de 200x).

Relativamente ao adesivo comercial **Crompton®**, na análise através microscopia óptica identificou-se que o *tissue* deste adesivo é composto por fibras de Cânhamo, fibras muito compridas (25000µm) e largas (25µm), com paredes finas, que termina com uma ponta arredondada (figura 27). O lúmen é largo e achatado, e as fibras apresentam deslocamentos, espessamentos, estrias longitudinais e inchaços (figura 28) [17].

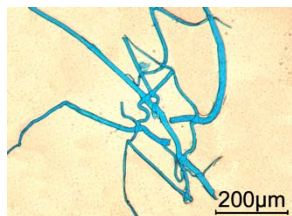


Figura 27 - Imagem das fibras da amostra do adesivo **Crompton®** (ampliação de 50x).

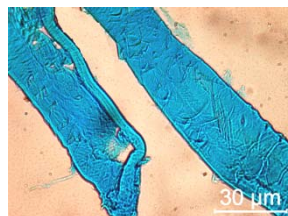


Figura 28 - Imagem das fibras em que é possível ver os espessamentos (ampliação de 200x).

A observação das fibras do **Papel Japonês**, foi realizada de modo a perceber-se se as fibras existentes eram as mesmas ou semelhantes às existentes nos *tissues* dos adesivos, uma vez que o papel japonês é idealmente fabricado com fibras japonesas. Contudo e após a observação destas através de um corte longitudinal, percebeu-se que o papel japonês é composto por uma mistura de fibras vegetais, difíceis de identificar, devido a uma destruição parcial destas possivelmente pela acção do ácido durante a preparação (figuras 29 e 30) com fibras de madeira (figuras 31 e 32). Tratando-se de um material utilizado em conservação e restauro não é adequada a existência de madeira, devendo estar totalmente isento de lenhina, mas este papel poderá conter restos de fibras de madeira provavelmente por ser de produção industrial.



Figura 29 - Imagem das fibras de Papel Japonês (ampliação de 50x).

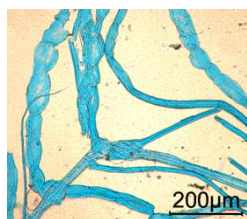


Figura 30 - Imagem das fibras de Papel Japonês (ampliação de 50x).

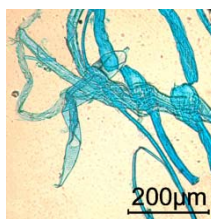


Figura 31 - Imagem em que é possível observar fibras de madeira (vasos da madeira) (ampliação de 50x).

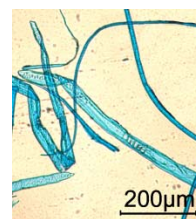


Figura 32 - Imagem em que é possível observar fibras de madeira (traquídeo) (ampliação de 50x).

Medição de pH

As medições de pH foram efectuadas aos adesivos comerciais **Archibond Heat Set Tissue®** e **Filmoplast R®** novos e sujeito a um ciclo de envelhecimento acelerado, aos adesivos **Lamatec®** e **Crompton®** e a duas amostras de adesivo recolhidas de peças do arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos. Todas as medições foram efectuadas em três pontos e três vezes em cada ponto, do lado do adesivo e do lado do *tissue*, à excepção do adesivo **Lamatec®** em que foram efectuadas medições apenas do lado do *tissue*, uma vez que este não se consegue separar o lado do adesivo da película que protege o adesivo, encontram-se os resultados na tabela 4.

Observa-se que os valores de pH para todas as amostras são inferiores a 7, ou seja ácidos, à excepção dos adesivos de **Filmoplast R®** e do lado do adesivo do adesivo **Archibond Heat Set Tissue®** com o tingimento mais escuro. No entanto as diferenças entre os valores de pH são pouco significativas e segundo os fabricantes destes materiais, estes deveriam apresentar valores de pH neutros (pH=7).

Segundo a literatura, as dispersões acrílicas, apresentam valores de pH entre 3,5-10, dependendo da dispersão específica e dos aditivos [8]. Todos os adesivos acrílicos estudados, novos ou envelhecidos, tingidos ou não, apresentam resultados entre os valores esperados.

À semelhança das dispersões acrílicas, também as dispersões de Poli(acetato de vinilo) apresentam valores de referência de pH semelhantes, antes e após envelhecimento, sendo que quando novas devem apresentar valores entre 4-7 e quando envelhecidas devem apresentar valores entre 4,5-6 [8]. Os adesivos *Lamatec*[®] e *Crompton*[®], datados da década de 80, nos quais se mediram os valores de pH apresentam resultados ligeiramente superiores ao que seria esperado.

Os valores obtidos do *tissue* não são muito significativos, uma vez que as peças não irão estar em contacto com este lado. No entanto verifica-se que os valores são próximos dos valores de pH obtidos no lado do adesivo.

Tabela 4 – valores de pH obtidos aos adesivos.

Amostras de adesivos		Lado do adesivo (média±desvio padrão)	Lado do <i>tissue</i> (média±desvio padrão)
<i>Archibond Heat Set Tissue</i> [®]	0 dias	5,4±0,8	6,2±0,5
	6 dias	5,6±0,6	5,1±0,5
	Início do Século XXI	Tingido I	7,4±0,6
		Tingido II	6,8±0,5
	Adesivo9	5,4±0,5	6,2±0,4
<i>Filmoplast R</i> [®]	Adesivo11	6,3±0,4	6,3±0,3
	0 dias	7,2±0,2	7,4±0,2
	6 dias	7,5±0,5	7,4±0,5
<i>Lamatec</i> [®]	Década de 80	–	6,2±0,3
<i>Crompton</i> [®]	Década de 80	6,7±0,6	6,3±0,2

Ensaio Mecânicos sobre as amostras sujeitas a envelhecimento acelerado

Ensaio de Tracção sobre o papel com aplicação dos adesivos

Os testes de tracção foram aplicados a 110 provetes, 39 dos quais são amostras novas (13 de papel novo, 13 de papel novo com adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*[®], e 13 de papel novo com adesivo comercial *Filmoplast R*[®]), 36 são compostas por papel envelhecido durante seis dias e adesivos novos (10 de papel envelhecido, 12 de papel envelhecido com adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*[®] novo e 14 de papel envelhecido com adesivo comercial *Filmoplast R*[®] novo) e 35 são compostas por papel envelhecido durante doze dias e adesivos envelhecidos durante seis dias (13 de papel envelhecido, 13 de papel envelhecido com adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*[®] envelhecido e 9 de papel envelhecido com adesivo comercial *Filmoplast R*[®] envelhecido) encontrando-se os valores obtidos na tabela 5.

Os provetes romperam todos na zona das garras, preferencialmente na garra inferior. Não obstante, consideraram-se os ensaios válidos uma vez que os valores obtidos nos ensaios são representativos. O facto de os provetes fracturarem junto às garras, provavelmente, deve-se à natureza do papel, papel vegetal que apresenta fibras muito maceradas, logo muito partidas e pequenas. Efectivamente, como referem Scott e Abbott a manufactura do papel pode influenciar a sua resistência à tracção. Factores como o aumento da pressão quando a polpa está molhada, a adição de adesivos, uma maior percentagem de fibras longas e o aumento da gramagem do papel, são determinantes aumentando a resistência à tracção [34].

Tabela 5 – Valores dos ensaios de tracção: Força máxima (N), Índice de Tracção ((N/m)/(g/m²)), Coeficiente de Variação (desvio padrão/média), Elasticidade (%) e Teor de Humidade (%) dos 110 provetes. Força máxima (R_{máx.}) = força máxima de ruptura que uma amostra de 0,1 m suporta. Índice de Tracção = força máxima (N/0,1m) a dividir pela massa da amostra por unidade de área (gramagem). Elasticidade (%) = ((l-l₀)/l₀)×100 em que l representa o comprimento do provete. Teor de Humidade (%) = teor de humidade existente na amostra durante os ensaios.

NOTA: a sala onde foram realizados os ensaios não se encontrava climatizada, no entanto os valores obtidos para o teor de humidade são muito aproximados, por isso consideraram-se os ensaios válidos.

Provetes		Força Máxima (N/m)	Índice de Tracção $\left(\frac{N}{m} \div \frac{g}{m^2}\right)$ A dividir pela gramagem de cada série A dividir pela gramagem do papel		Coeficiente de Variação $\left(\frac{\sigma}{\bar{x}}\right) \times 100$	Elasticidade (%)	Teor de Humidade (%) $\left(\frac{p_{humido}-p_{seco}}{p_{seco}}\right) \times 100$ (%)
Papel	0 dias	108,0±6,4	13,4±0,8		5,9	2,4±0,4	6,6
	6 dias	107,4±4,9	13,2±0,6		4,5	1,8±0,3	6,2
	12 dias	105,8±5,0	12,9±0,6		4,7	1,9±0,3	6,1
Papel + Archibond Heat Set Tissue®	Papel+Adesivo Novos	121,1±3,3	11,4±0,3 15,1±0,4		2,7	2,9±0,3	5,1
	Papel Envelhecido (6dias)+Adesivo Novo	120,9±4,0	11,7±0,4 14,9±0,5		3,3	2,6±0,2	5,4
	Papel Envelhecido (12dias)+Adesivo Envelhecido (6dias)	121,1±5,4	11,6±0,5 14,8±0,7		4,4	2,3±0,3	5,0
Papel + Filmoplast R®	Papel+Adesivo Novos	118,9±4,0	10,9±0,4 14,8±0,5		3,3	2,8±0,3	5,1
	Papel Envelhecido (6dias)+Adesivo Novo	115,0±6,0	10,5±0,5 14,1±0,7		5,2	2,2±0,3	4,9
	Papel Envelhecido (12dias)+Adesivo Envelhecido (6dias)	126,9±6,8	11,0±0,6 15,5±0,8		5,4	2,0±0,3	4,5

Após análise dos resultados dos ensaios de tracção, relativamente à **força máxima** (N), verifica-se no caso dos provetes só de papel novo e envelhecido, que a força necessária para a ruptura dos provetes com mais tempo de envelhecimento (6 e 12 dias) é menor do que a medida para os provetes novos (0 dias). Relativamente às amostras de papel com o adesivo *Archibond Heat Set Tissue*® não se nota qualquer alteração significativa com o envelhecimento, mantendo-se esses valores aproximadamente constantes. No entanto, no caso dos provetes com o adesivo *Filmoplast R*® é necessário aplicar uma força superior para rasgar os provetes de papel envelhecido com o adesivo envelhecido. A maior resistência desta última série de amostras poderá ser explicada pela existência de um menor teor de humidade nestas amostras (4,5%). Sabe-se que amostras mais secas são mais rígidas, logo necessitam de maior força para rasgar. Comparando todas as séries de amostras verifica-se que os provetes de papel envelhecido (12 dias) com adesivo *Filmoplast R*® envelhecido (6 dias) são os que necessitam de maior força de ruptura (126,9 N).

O **índice de tracção** $\left(\frac{N}{m} \div \frac{g}{m^2}\right)$ permite a comparação de valores entre os provetes compostos por materiais diferentes. Este índice mede a resistência com que as fibras estão ligadas umas às outras. No caso dos provetes compostos só por papel, o índice de tracção mede a resistência entre as fibras do papel vegetal. No caso dos provetes com adesivos, o adesivo não confere uma maior resistência às fibras do papel, uma vez que este apenas é colocado por cima e não penetra no papel, logo não irá fazer parte da estrutura das fibras do papel. Optou-se assim por calcular dois valores de índice de tracção, um com o peso de cada série de provetes, ou seja através dos cálculos com a gramagem do papel com os adesivos, e outro com o peso apenas do papel (0, 6 e 12 dias de envelhecimento), ou seja através dos cálculos com a gramagem do papel.

Analisando os valores obtidos pelo cálculo do índice de tracção relativo só à gramagem do papel, observa-se que os provetes compostos por papel e adesivo apresentam valores superiores ao provetes só de papel, o que significa que o adesivo confere alguma resistência às amostras quando sujeitas a uma força de tracção. Os valores de papel com envelhecimento (6 e 12 dias) são inferiores aos de papel novo (0 dias), ou seja é necessário aplicar uma menor força por unidade de área para rasgar. No caso dos provetes de papel com adesivo *Archibond Heat Set Tissue*[®], não se verifica uma alteração significativa dos valores obtidos. Os provetes compostos por papel vegetal e adesivo *Filmoplast R*[®] apresentam resultados semelhantes para os dois valores de índices de tracção. Observa-se assim que os provetes de papel envelhecido (12 dias) com adesivo envelhecido (6 dias) são os mais resistentes, que necessitam maior força por unidade de área para rasgar. E os que necessitam de menor força são os de papel envelhecido (6 dias) com adesivo novo. Tal como para os valores de Força máxima, os provetes compostos por papel envelhecido (12 dias) com adesivo *Filmoplast R*[®] envelhecido (6 dias) são os que apresentam um maior valor de índice de tracção.

O cálculo do **coeficiente de variação** $\left(\frac{\sigma}{\bar{x}}\right) \times 100$ permite verificar quais as séries de amostras que apresentam resultados mais semelhantes. Quanto menor o coeficiente de variação, maior a homogeneidade dos resultados. Nos ensaios realizados, observa-se para as amostras de papel com adesivo, que a heterogeneidade aumenta com o envelhecimento. As amostras de papel novo e adesivo *Archibond Heat Set Tissue*[®] novo são as que apresentam resultados mais homogéneos (2,7%), e as amostras só de papel novo são as mais heterogéneas (5,9%).

A **elasticidade** (%) mede a percentagem de material que se alonga durante os ensaios de tracção. Verifica-se que todas as amostras diminuíram a elasticidade com o envelhecimento. O teor de humidade também está directamente ligado a esta propriedade, porque amostras com menor teor de humidade, alongam menos, uma vez que a água existente nas fibras lhes confere elasticidade, actuando como um plastificante.

Verifica-se que o **teor de humidade** (%) nas amostras compostas por papel com adesivo é menor do que nas amostras só de papel. A aplicação do adesivo, mesmo que apenas num dos lados do papel, funciona como um isolante, o qual vai diminuir a troca de água do papel com a atmosfera nesse lado, diminuindo assim a quantidade de água na amostra.

A resistência à tracção é um indicador directo da resistência física de todos os tipos de papéis, tais como embalagens, sacos, fitas-cola e papéis para impressão, quando sujeitos a tracção directa. Muitos papéis apresentam uma resistência mínima, uma vez que são sujeitos a um esforço de tracção durante a sua produção, sendo disso exemplo os papéis utilizados para impressão [34, 35].

Ensaio de Remoção dos adesivos das amostras sujeitas a envelhecimento acelerado

Imersão em solvente

A reversibilidade dos adesivos novos e envelhecidos foi estudada através da imersão de amostras durante cinco minutos em dois solventes diferentes: acetona (figura 33) e *white spirit* (figura 34). Este estudo foi complementado com a medição do peso das amostras antes e depois da imersão em solvente, numa tentativa de verificação da remoção do adesivo do papel, nomeadamente através da comparação entre o peso médio de amostras de papel simples, com amostras de papel com

adesivo aplicado e as amostras onde foi tentada a remoção do adesivo por dois métodos diferentes, a imersão em solvente orgânico e a utilização de métodos de remoção pontual com cotonete. Tratando-se de um material muito higroscópico as amostras foram previamente secas em estufa, evitando-se a influencia directa da humidade relativa nos resultados.

Os resultados dos testes realizados às 36 amostras estudadas (18 compostas por papel vegetal com o adesivo *Archibond Heat Set Tissue*[®] e as outras 18 compostas por papel vegetal com o adesivo *Filmoplast R*[®]) encontram-se nas tabelas 6 e 7.

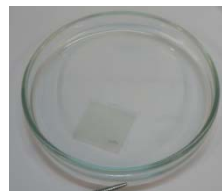


Figura 33 – imersão de uma amostra em acetona. Figura 34 – imersão de uma amostra em *white spirit*.

Tabela 6 – Resultados da medição do peso das amostras antes e após imersão das mesmas em solventes e resultados da reversibilidade do adesivo *Archibond Heat Set Tissue*[®] sobre os papéis com dois solventes: acetona (pura) e *white spirit* (é o mesmo solvente que o *mineral spirit*, ou seja são uma mistura de solventes) durante 5 minutos no caso da acetona e 1 hora no caso do *white spirit*. Legenda: ● – reversível com o solvente, ○ - não reversível com o solvente.

Solventes	acetona			<i>white spirit</i>			Peso médio de amostras só de papel
Amostras	Peso antes da imersão	Peso depois da imersão	Reversibilidade (e número da amostra)	Peso antes da imersão	Peso depois da imersão	Reversibilidade (e número da amostra)	
Papel + <i>Archibond Heat Set Tissue</i> [®] novos	0,0238	0,0186	● ²	0,0222	0,0221	○ ¹	0,0181
	0,0236	0,0185	● ⁴	0,0235	0,0236	○ ³	
	0,0243	0,0188	● ⁶	0,0218	0,0217	○ ⁵	
Papel envelhecido (6 dias) + <i>Archibond Heat Set Tissue</i> [®] novo	0,0233	0,0184	● ²	0,0235	0,0237	○ ¹	0,0183
	0,0221	0,0173	● ⁴	0,0236	0,0237	○ ³	
	0,0226	0,0178	● ⁶	0,0214	0,0216	○ ⁵	
Papel envelhecido (12 dias) + <i>Archibond Heat Set Tissue</i> [®] envelhecido (6 dias)	0,0238	0,0187	● ²	0,0226	0,021	○ ¹	0,0184
	0,0238	0,0187	● ⁴	0,0236	0,024	○ ³	
	0,023	0,0182	● ⁶	0,0224	0,0226	○ ⁵	

Ao observar-se os valores presentes na tabela 6 verifica-se que o adesivo *Archibond Heat Set Tissue*[®] não foi reversível com o solvente *white spirit* em nenhuma das séries de papel com adesivo. Inicialmente, as amostras foram mantidas durante cinco minutos em solvente, mas sem qualquer efeito. Optou-se por isso por prolongar o período para uma hora, no entanto os resultados não se alteraram.

Este resultado não está de acordo com a informação do fornecedor do material, que afirma que o adesivo é reversível, mesmo após envelhecimento, com *mineral spirits*. No entanto segundo a bibliografia científica este adesivo (Polimetacrilato de etilo) não é solúvel em *mineral spirit*, mas sim em acetona (tabela IV. 1 e figuras IV. 1 e IV. 2, anexo IV) (10). Os ensaios práticos realizados confirmam a informação obtida na literatura científica, pois verifica-se a reversibilidade do adesivo com acetona, mas não se verifica essa propriedade do adesivo com *white spirit*.

Nas amostras imersas em acetona verifica-se a dissolução do adesivo no solvente. Quando removida a amostra da acetona o *tissue* encontra-se completamente separado do papel vegetal, e após secagem de ambos os componentes da amostra (papel vegetal e *tissue*) não se encontram vestígios de adesivo em nenhuma das partes (figura 35).



Figura 35 – amostra seca de papel vegetal e do adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue®* após imersão em acetona.

Ao observar-se os valores das pesagens das amostras, verifica-se uma diminuição de peso das amostras imersas em acetona, e o valor após imersão em solvente é próximo do valor médio de amostras só de papel. Estes resultados são um indicativo da provável remoção total do adesivo do papel vegetal. No caso das amostras imersas em *white spirit* verifica-se que não houve alteração de peso das amostras antes e após imersão em solvente, à excepção na amostra 1 de papel vegetal envelhecido (12 dias) com adesivo envelhecido (6 dias) em que se tentou remover o adesivo, mas apenas se extraiu um fragmento do *tissue*, sem adesivo, ou seja tudo indica que o adesivo permanece na totalidade no papel vegetal.

Tabela 7 – Resultados da medição do peso das amostras antes e após imersão das mesmas em solventes e resultados da reversibilidade do adesivo *Filmoplast R®* sobre os papéis com dois solventes: acetona (pura) e *white spirit* (é o mesmo solvente que o *mineral spirit*, ou seja são uma mistura de solventes) durante 5 minutos. Legenda: ● – reversível com o solvente, ○ - não reversível com o solvente.

Solventes		acetona		white spirit			Peso médio de amostras só de papel
Amostras	Peso antes da imersão	Peso depois da imersão	Reversibilidade (e número da amostra)	Peso antes da imersão	Peso depois da imersão	Reversibilidade (e número da amostra)	
Papel + <i>Filmoplast R</i> ® novos	0,0233	0,0173	● ²	0,0236	0,0176	● ¹	0,0181
	0,0244	0,0180	● ⁴	0,0252	0,0186	● ³	
	0,0255	0,0188	● ⁶	0,0244	0,0179	● ⁵	
Papel envelhecido (6 dias) + <i>Filmoplast R</i> ® novo	0,0243	0,0178	● ²	0,0251	0,0188	● ¹	0,0183
	0,0249	0,0183	● ⁴	0,025	0,0185	● ³	
	0,0248	0,0185	● ⁶	0,0243	0,0177	● ⁵	
Papel envelhecido (12 dias) + <i>Filmoplast R</i> ® envelhecido (6 dias)	0,0259	0,019	● ²	0,0259	0,0187	● ¹	0,0184
	0,0243	0,0176	● ⁴	0,0258	0,019	● ³	
	0,0259	0,0192	● ⁶	0,0267	0,0197	● ⁵	

Através da análise dos valores existentes na tabela 7, verifica-se que o adesivo comercial *Filmoplast R®* foi reversível com ambos os solventes ao fim de cinco minutos de imersão. No entanto, durante a realização dos ensaios práticos verificou-se uma melhor reversibilidade do adesivo com o *white spirit* do que com a acetona. Após secagem das amostras, nas que foram imersas em *white spirit* observa-se ainda um ligeiro brilho, que poderá estar relacionado com a existência de pequenos resíduos de adesivo no papel vegetal.

De acordo com a informação do fornecedor do material e da bibliografia científica era previsível a reversibilidade do adesivo com acetona, tal informação foi confirmada com os ensaios práticos (tabela IV. 1, anexo IV).

Contrariamente ao sucedido com o adesivo *Archibond Heat Set Tissue®*, o adesivo *Filmoplast R®* não se decompôs com nenhum dos solventes, apenas se separou do papel vegetal.

Quanto aos valores dos pesos das amostras antes e após imersão em solvente enumerados na tabela 7, verifica-se em todas as amostras uma diminuição do peso das amostras após imersão

em solvente. Ao observar-se os valores após imersão com os valores médios de amostras só de papel, verifica-se uma aproximação dos valores, o que é um indicativo da provável remoção total do adesivo do papel vegetal após imersão em solvente.

Métodos tradicionais de C&R

Devido à solubilidade das matérias de registo nos solventes, algumas peças não podem ser sujeitas ao método anterior. Por isso os conservadores-restauradores recorrem ao método tradicional, aplicando calor com uma espátula quente (figura 36) e, simultaneamente, removendo o adesivo: primeiro com uma força mecânica, usando uma pinça para levantar o *tissue* e o bisturi para raspar o adesivo; a seguir com um cotonete embebido em solvente, retirando, pelo menos à superfície, o excesso de adesivo que possa ter ficado no papel (figuras 37 e 38).



Figura 36 – aplicação de calor numa amostra com espátula quente.



Figura 37 – imersão do cotonete em solvente.



Figura 38 – remoção do adesivo ou excesso com adesivo com cotonete embebido em solvente.

As 36 amostras, 18 compostas por papel vegetal com adesivo *Archibond Heat Set Tissue*®, e as restantes 18 amostras compostas por papel vegetal com adesivo *Filmoplast R*® foram submetidas a este método tradicional de conservação e restauro, e os resultados podem ser observados nas tabelas 8 e 9 (adesivo *Archibond Heat Set Tissue*® e *Filmoplast R*® respectivamente).

Tabela 8 – Resultados da medição do peso das amostras antes e após da remoção do adesivo com calor e limpeza com solventes e resultados da reversibilidade do adesivo *Archibond Heat Set Tissue*® com calor e limpeza com dois solventes: acetona (pura) e *white spirit* (é o mesmo solvente que o *mineral spirit*, ou seja são uma mistura de solventes). Legenda: ● – reversível com o solvente, ○ – não reversível com o solvente.

Solventes	Calor + limpeza com acetona			Calor + limpeza com <i>white spirit</i>			Peso médio de amostras só de papel
Amostras	Peso antes remoção do adesivo	Peso depois da remoção do adesivo	Reversibilidade (e número da amostra)	Peso antes remoção do adesivo	Peso depois da remoção do adesivo	Reversibilidade (e número da amostra)	
Papel + <i>Archibond Heat Set Tissue</i> ® novos	0,0247	0,0195	● ⁸	0,0233	0,0232	○ ⁷	0,0181
	0,0243	0,0188	● ¹⁰	0,024	0,0236	○ ⁹	
	0,0231	0,0182	● ¹²	0,023	0,0227	○ ¹¹	
Papel envelhecido (6 dias) + <i>Archibond Heat Set Tissue</i> ® novo	0,0227	0,0177	● ⁸	0,0235	0,0231	○ ⁷	0,0183
	0,0233	0,0182	● ¹⁰	0,0244	0,024	○ ⁹	
	0,0219	0,0174	● ¹²	0,0217	0,0215	○ ¹¹	
Papel envelhecido (12 dias) + <i>Archibond Heat Set Tissue</i> ® envelhecido (6 dias)	0,0235	0,0187	● ⁸	0,0233	0,0226	○ ⁷	0,0184
	0,0226	0,0175	● ¹⁰	0,023	0,0225	○ ⁹	
	0,0227	0,0176	● ¹²	0,0223	0,021	○ ¹¹	

Após a realização dos testes verifica-se que o adesivo *Archibond Heat Set Tissue*® não é reversível com a acção de calor. No entanto confirma-se que o adesivo é reversível com um cotonete embebido em acetona. Após a secagem das amostras, é visível algum brilho apenas nas amostras de papel vegetal envelhecido (12 dias) do qual se removeu o adesivo envelhecido (6 dias) com acetona.

Os resultados da medição de peso das amostras, na tabela 8, mostram que nas amostras às quais foi aplicado calor e limpas com acetona existe uma diminuição do peso e esse peso final é

próximo do peso médio de amostras só de papel, o que é um indicativo da remoção total ou quase total do adesivo.

Tal como sucedeu com a imersão das amostras em solvente, este adesivo comercial não foi reversível com um cotonete embebido em *white spirit* durante os ensaios realizados. Este resultado, mais uma vez, confirma a informação da bibliografia científica, mas vai contra as indicações do fabricante (tabela IV. 1, anexo IV). O facto pode ser comprovado pela não diminuição do peso após tentativa de remoção do adesivo observado na tabela 8.

Tabela 9 – Resultados da medição do peso das amostras antes e após da remoção do adesivo com calor e limpeza com solventes e resultados da reversibilidade do adesivo *Filmoplast R*® com calor e limpeza com dois solventes: acetona (pura) e *white spirit* (é o mesmo solvente que o *mineral spirit*, ou seja são uma mistura de solventes). Legenda: ● – reversível com o solvente, ○ - não reversível com o solvente.

Solventes		Calor + limpeza com acetona			Calor + limpeza com <i>white spirit</i>			Peso médio de amostras só de papel
Amostras	Peso antes remoção do adesivo	Peso depois da remoção do adesivo	Reversibilidade (e número da amostra)	Peso antes remoção do adesivo	Peso depois da remoção do adesivo	Reversibilidade (e número da amostra)		
Papel + <i>Filmoplast R</i> ® novos	0,0243	0,0180	● ⁸	0,0253	0,0186	● ⁷	0,0181	
	0,0245	0,0180	● ¹⁰	0,024	0,0179	● ⁹		
	0,024	0,0179	● ¹²	0,0243	0,0183	● ¹¹		
Papel envelhecido (6 dias) + <i>Filmoplast R</i> ® novo	0,0242	0,0178	● ⁸	0,0236	0,0175	● ⁷	0,0183	
	0,0252	0,0186	● ¹⁰	0,0245	0,018	● ⁹		
	0,0247	0,0184	● ¹²	0,024	0,0179	● ¹¹		
Papel envelhecido (12 dias) + <i>Filmoplast R</i> ® envelhecido (6 dias)	0,0271	0,0196	● ⁸	0,0259	0,0189	● ⁷	0,0184	
	0,026	0,0188	● ¹⁰	0,0261	0,0189	● ⁹		
	0,025	0,0186	● ¹²	0,0242	0,018	● ¹¹		

O produtor do adesivo comercial *Filmoplast R*® assegura que o método recomendável para a remoção deste adesivo é através da aplicação de calor. Este método levanta dúvidas ao conservador-restaurador uma vez que, aparentemente, é uma acção mecânica sobre a superfície do papel. Porém, o método foi comprovado através dos ensaios realizados às amostras e os resultados obtidos, encontram-se na tabela 9.

Ao observar-se os valores obtidos pela medição de peso das amostras na tabela 9, verifica-se uma diminuição de peso das amostras após aplicação de calor ao mesmo tempo que se efectuou a remoção do adesivo e posterior passagem com cotonete com solvente, para remoção dos resíduos de adesivo que possa ter permanecido no papel. Os valores finais encontram-se próximos dos valores médios de amostras só de papel vegetal, o que indica que ocorreu a remoção do adesivo.

No entanto, após secagem das amostras, verifica-se a presença de algum brilho, eventualmente, provocado por resíduos de adesivo em algumas amostras de papel vegetal ou simplesmente pelo efeito abrasivo da primeira etapa do método. Assim, uma nova limpeza das amostras com cotonete embebido em solvente, pode mostrar-se conveniente.

CONCLUSÕES

Os estudos levados a cabo na Área de Preservação e Conservação de Documentos Gráficos do arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos do Instituto da Habitação e Reabilitação Urbana, permitiram uma melhor compreensão da metodologia utilizada nesta instituição com o adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*® para a preservação e os métodos de

intervenção de peças em suporte de papel vegetal. Esta fase inicial de permanência na instituição possibilitou ainda o contacto com as peças que serviram de casos de estudo para o trabalho final.

O ensaio de envelhecimento acelerado permitiu criar novas condições extremas de deterioração, num curto período de tempo, realçando aspectos do envelhecimento natural de peças de papel vegetal intervencionadas com um adesivo termofusível.

A identificação dos **papéis vegetais** pela técnica de μ -FTIR-ATR provou que todos os papéis estudados são de origem celulósica o que foi posteriormente confirmado por microscopia óptica. No entanto o objectivo não foi totalmente atingido uma vez que não foi possível identificar o tipo de tratamento que o papel sofreu durante o seu processo de fabrico, se um tratamento com óleos, resinas ou ácidos.

A identificação dos **adesivos** pela técnica de μ -FTIR-ATR foi muito relevante, uma vez que permitiu identificar os compostos químicos principais dos adesivos, os polímeros (*Archibond Heat Set Tissue*[®]: Poli(metacrilato de etilo), *Filmoplast R*[®]: Poli(acrilato de etilo) e *Lamatec*[®] e *Crompton*[®]: Poli(acetato de vinilo)), os quais não eram totalmente conhecidos através das informações fornecidas pelos fabricantes do material (apenas o tipo de família a que o polímero pertencia). Esta identificação facilitou um melhor entendimento do seu comportamento em termos de reversibilidade e durabilidade previsíveis. A observação das fibras dos *tissues* que servem de suporte aos adesivos foi um processo difícil, tendo em conta o pouco contacto com este género de fibras (japonesas) mesmo assim foi possível identificar cada tipo de fibras existentes. Quanto à medição dos valores de pH, esta possibilitou uma melhor caracterização da superfície dos papéis vegetais e dos adesivos. Sabendo a importância dos fenómenos de hidrólise ácida na degradação da celulose, este parâmetro constitui ainda um indicativo importante, cujos resultados, neste caso sendo ácidos, nos remetem para factores de risco potencial.

A escolha destes dois adesivos, *Archibond Heat Set Tissue*[®] e *Filmoplast R*[®], possibilitou um estudo comparativo entre os dois adesivos actualmente utilizados na conservação e intervenção de documentos em arquivos e bibliotecas. Assim observou-se que o adesivo *Archibond Heat Set Tissue*[®] é mais estável a nível molecular e apresenta uma película de protecção do adesivo, enquanto o adesivo *Filmoplast R*[®] apresenta resultados positivos na reversibilidade tanto com solvente como pela aplicação de calor, e apresenta valores de pH neutros. Ambos os adesivos apresentam bons resultados nos ensaios de resistência à tracção. É um facto que as obras não serão sujeitas a acções extremas de tracção, uma vez que serão armazenadas em locais apropriados, de modo a preservar a sua permanência a longo prazo. Os resultados destes ensaios permitem ajudar a prever a estabilidade físico-química, a médio e longo prazos, das obras sujeitas a tratamentos menos adequados dado que efectivamente, a resistência física do papel é directamente influenciada pela sua condição química. Assim ambos os materiais em estudo provaram ser seguros para utilizar em documentos de arquivo, nomeadamente sobre papel vegetal, que é um papel dimensionalmente instável e muito sensível a tratamentos que envolvam humidade.

No futuro seria interessante realizar um estudo comparativo destes adesivos, aplicados com prensa nos papéis vegetais, de modo a compreender se existem diferenças na resistência do papel com adesivo aplicado desta forma, e se a reversibilidade se mantém. Igualmente interessante seria comparar o comportamento destes materiais em diferentes tipos de papel, de modo a aumentar o

conhecimento sobre a interacção destes adesivos com outros tipos de suporte. De modo a identificar-se o tipo de tratamento do papel vegetal seria interessante no futuro o estudo dos papéis através de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (GC-MS).

BIBLIOGRAFIA

1. *World Paper*, <http://www.worldpaper.com.br/> (acedido em Março de 2010).
2. Nyuksha, Y. P., & Sergeeva, L., *ICOM Committe for Conservation 8th triennial meeting: Sydney, Astralia, 6-11 September 1987: preprints*, The Getty Conservations Institute (1987). pp. 697-699.
3. Viñas, V., "Lamination in Spain." *The Abbey newsletter* 14, no. 6 , (1990) pp. 109.
4. Letnar, M. C., & Vodopivec, J., "Protection and conservation of materials on paper: evaluation of permanence and durability of the laminated material on paper." *Restaurator: international journal for the preservation of library and archival material* 18, no. 4 , (1997) pp. 177-190.
5. Morenus, L. S., "In search of a remedy: history of trating iron-gall ink at the Library of Congress." *The Book&Paper Group annual* 22 , (2003) pp. 119-125.
6. Derrick, M. R., Stulik, D., & Landry, J. M., *Infrared Spectroscopy in Conservation Science*, J. Paul Getty Trust, United States of America (1999).
7. Museum of Fine Arts, B., *MFA Boston: CAMEO*, <http://cameo.mfa.org/> (acedido em Maio de 2010).
8. AA.VV., "46. Adhesives", *The Book and Paper Group of the American Institute for the Conservation of Historic and Artistic Works* (1989).
9. Skeist, I., *Handbook of Adhesives*, 2nd ed. NY: Robert E., Kreiger Publishing Co. (1977).
10. Horie, C., *Materials for Conservation: Organic consolidants, adhesives and coating*. London: Butterworth-Heinemann (2000).
11. Kosek, J. M., *Conservation Mounting for Prints and Drawings: A manual based on current pratice at the British Museum*. UK: Archetype Publications Ltd. in association with the British Museum (2004).
12. Laroque, C., "History and analysis of transparent papers" *The Paper Conservator: Journal of the Institute of Paper Conservation* 28 , (2004) pp. 17-32.
13. Page, S., "Conservation of Nineteenth-Century Tracing Paper: A Quick Pratical Approach" *The Book and Paper Group Annual - Volume sixteen* (1997) pp. 67-73.
14. Bachmann, K., "The Treatment of Transparent Papers: A Review", *The Book and Paper Group Annual, volume two* (1983) pp. 3-13
15. Flieder, F., Guineau, B., Laroque, C., Liebard, B., & Richardin, P., "Analysis and Restoration of Old Transparent Papers", *Conservation of Historic and Artistic Works on Paper: proceedings of a conference, Ottawa, Canada, October 3 to 7*, Canadian Conservation Institute (1988) pp. 235-244.
16. Flamm, V., Hofmann, C., Dobrusskin, S., & Banik, G., "Conservation of Tracing Papers", Vienna: ICOM Commitee for Conservation (1990) pp. 463-467
17. Sisko, M., & Pfaffli, I., *Fiber Atlas: Identification of Papermaking Fibers*. Alemanha: Springer Series in Wood Science (1995).
18. Bruce, J., "Consolidation by lamination", *ICCM Bulletin Volume 5, No. 1* , (1979) pp. 43-39.

19. Jacobi, N., *The Japanese Paper Place*, <http://www.japanesepaperplace.com/> (acedido em Abril de 2010).
20. *Preservation Equipment Ltd.*, <http://www.preservationequipment.com> (acedido em Novembro de 2009).
21. Helen, "Archibond Heat Set Tissue", Technical Specification (2009).
22. AG, N., *Neschen*, <http://www.neschen.com/> (acedido em Outubro de 2009).
23. Martins, J., "Área de Preservação e Conservação de Documentos Gráficos", DIBA/IHRU, Sacavém (2008).
24. Materials, A. S., *Paper and paperboard; characteristics, nomenclature, and significance of tests*. Philadelphia: Committee D-6 on paper and paper products (1963).
25. Britt, K. W., *Handbook of pulp and paper technology*, 2nd ed. New York: Van Nostrand Reinhold (1970).
26. AA.VV., *A laboratory handbook of pulp and paper manufacture*, 2nd ed., London: Arnold. (1961).
27. *Library of Congress*, <http://www.loc.gov/index.html> (acedido em Maio de 2010).
28. Feller, R. L., *Accelerated Aging: Photochemical and Thermal Aspects*. United States of America: The J. Paul Getty Trust (1994).
29. Johnston-Feller, R., *Color Science in the Examination of Museum Objects - Nondestructive Procedures*. United States of America: The Getty Conservations Institute (2001).
30. <http://www.specialchem4coatings.com/tc/color-handbook/index.aspx?id=cielab> (acedido em Março de 2010)
31. Nakanishi, K., & Solomon, P. H., *Infrared Absorption Spectroscopy*. United States of America: Holden-Day, Inc. (1977).
32. *Spectral Database for Organic Compounds SDBS.*, http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi (acedido em Junho de 2010).
33. IRUG, *IRUG*, <http://www.irug.org> (acedido em Junho de 2010).
34. Scott, W. E., & Abbott, J. C., *Properties of paper: an introduction*. USA: TAPPI PRESS (1995).
35. TAPPI, *Tensile breaking properties of paper and paperboard (using constant rate of elongation apparatus) - T 494 om-88*. TAPPI (1988).
36. AA.VV., *Polymer handbook : vol. 1 and vol.2*, 4th ed., J. Brandrup, E. H. Immergut, E. A. Grulke Editors, New York (1999).

ANEXOS

Anexo I – Imagens das Amostras de Papéis Vegetais e Adesivos

Tabela I. 1 – Imagens dos suportes das peças pertencentes ao arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos.

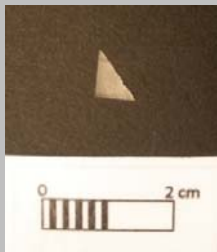
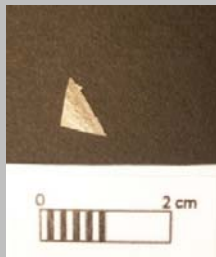

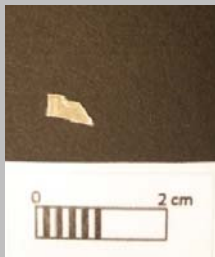

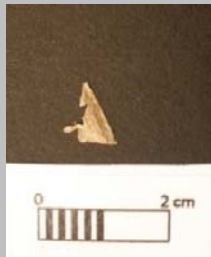
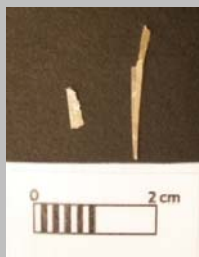
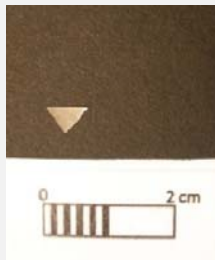
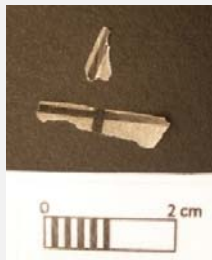
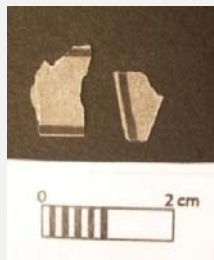
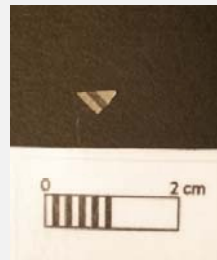
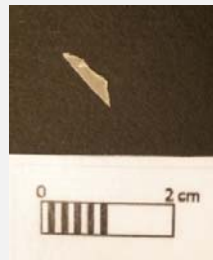


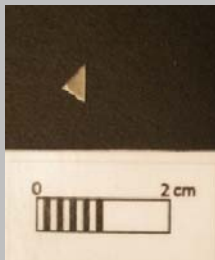

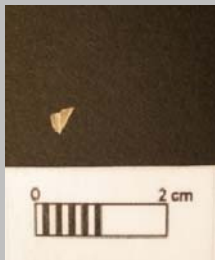
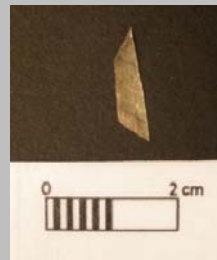


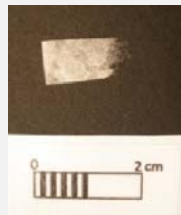



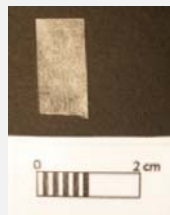









Suportes finos							
	(Amostra 1) DES.1/A ₂ -6795	(Amostra 2) DES.1/A ₂ -6878	(Amostra 3) DES.1/A ₁ -3838	(Amostra 4) DES.1/A ₃ -1943	(Amostra 5) DES.1/A ₁ -3995	(Amostra 6) DES.1/A ₁ -5025	(Amostra 7) DES.1/R-3351
Suportes médios							
	(Amostra 8) DES.1/A ₁ -1583	(Amostra 9) DES.1/A ₀ -6740	(Amostra 10) DES.1/A ₀ -6229	(Amostra 11) DES.1/R-1419	(Amostra 12) DES.1/A ₁ -410	(Amostra 13) DES.1/R-2373	
Suportes grossos							
	(Amostra 14) DES.1/A ₀ -2173	(Amostra 15) DES.1/R-300	(Amostra 16) DES.1/R-147	(Amostra 17) DES.1/R-155	(Amostra 18) DES.1/A ₁ -4243		

Tabela I. 2 – Imagens das amostras de adesivos.

Amostras novas	 <p>Archibond Heat Set Tissue®</p>	 <p>Filmoplast R®</p>			
Amostras já aplicadas	 <p>(Adesivo1) DES.1/A₂-6795</p>	 <p>(Adesivo3) DES.1/A₁-3838</p>	 <p>(Adesivo5) DES.1/A₁-3995</p>	 <p>(Adesivo6) DES.1/A₁-5025</p>	 <p>(Adesivo8) DES.1/A₁-1583</p>
	 <p>(Adesivo9) DES.1/A₀-6740</p>	 <p>(Adesivo11) DES.1/R-1419</p>	 <p>(Adesivo13) DES.1/R-2373</p>	 <p>(Adesivo15) DES.1/R-300</p>	 <p>(Adesivo18) DES.1/A₁-4243</p>
Amostras datadas	 <p>Achibond Heat Set Tissue® tingido I</p>	 <p>Achibond Heat Set Tissue® tingido II</p>	 <p>Crompton®</p>	 <p>Lamatec®</p>	

Anexo II – Caracterização física e química dos Papéis Vegetais

FTIR-ATR

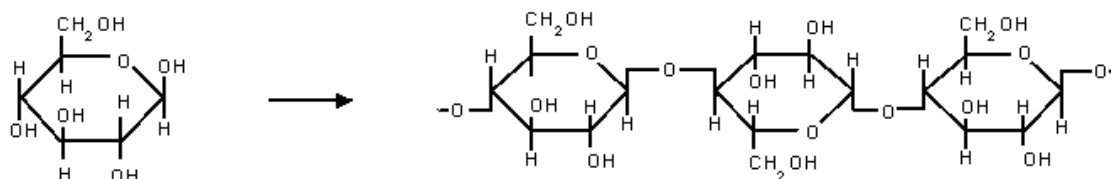


Figura II. 1 – Estrutura molecular da Celulose.

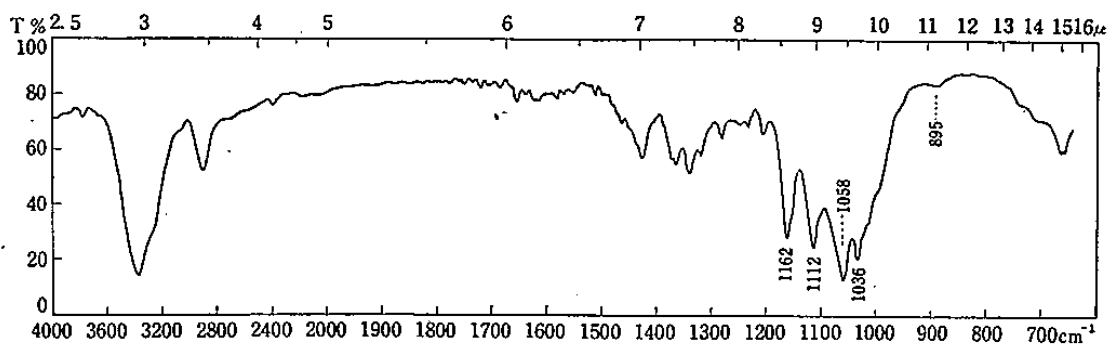


Fig. 29 a Cellulose, 1 mg/300 mg KBr (IRDC 144)

Figura II. 2 – Espectro de referência da Celulose [31].

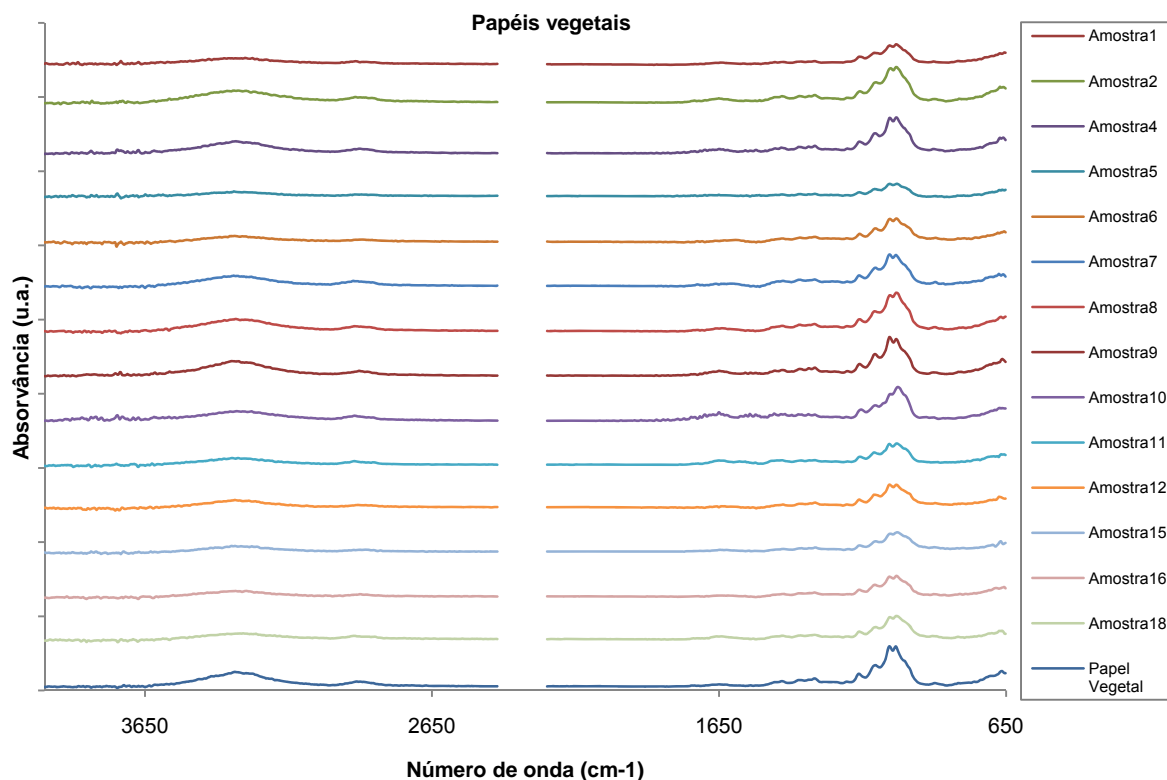


Figura II. 3 - Espectros de absorção de μ -FTIR das catorze amostras de papel recolhidas das peças pertencentes ao arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos e do Papel Vegetal (80g/m^2).

As análises às Amostras 3, 13 e 17 foram excluídas, uma vez que se analisou material de registo em vez de matéria celulósica, e a Amostra 14 não foi possível analisar por μ -FTIR-ATR devido à dimensão reduzida da mesma.

Colorimetria

Tabela II. 1 - Valores dos parâmetros CIELab, obtidos através de Colorimetria efectuada para as amostras de papel vegetal das peças pertencentes ao arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos.

Provetes de papel	Parâmetros CIELab (Valor médio \pm desvio padrão)		
	L*	a*	b*
Amostra1	86,6 \pm 1,8	0,5 \pm 0,2	10,9 \pm 2,1
Amostra2	80,5 \pm 1,8	2,1 \pm 0,5	18,6 \pm 1,6
Amostra3	85,5 \pm 2,2	1,3 \pm 0,6	12,5 \pm 3,6
Amostra4	77,5 \pm 1,8	3,1 \pm 0,4	19,4 \pm 2,6
Amostra5	79,7 \pm 0,9	3,8 \pm 0,4	18,6 \pm 0,7
Amostra6	78,8 \pm 0,9	4,8 \pm 0,3	16,5 \pm 1,3
Amostra7	89,5 \pm 0,2	0,5 \pm 0,1	8,2 \pm 0,3
Amostra8	81,3 \pm 1,4	0,6 \pm 0,1	8,5 \pm 1,1
Amostra9	80,1 \pm 1,3	0,5 \pm 0,1	17,1 \pm 0,3
Amostra10	82,7 \pm 0,1	0,7 \pm 0,0	19,0 \pm 0,1
Amostra11	81,4 \pm 2,7	-0,3 \pm 0,1	4,2 \pm 0,6
Amostra12	86,7 \pm 0,8	0,7 \pm 0,2	8,4 \pm 1,0
Amostra13	86,5 \pm 1,4	-0,3 \pm 0,1	3,9 \pm 0,8
Amostra14	78,7 \pm 1,0	3,1 \pm 0,3	19,2 \pm 1,5
Amostra15	85,3 \pm 0,5	0,5 \pm 0,0	11,4 \pm 0,6
Amostra16	77,4 \pm 2,1	3,7 \pm 1,0	16,1 \pm 4,1
Amostra17	87,2 \pm 1,1	2,4 \pm 0,5	9,9 \pm 1,3
Amostra18	73,8 \pm 3,0	3,0 \pm 0,4	18,5 \pm 2,1

Anexo III – Caracterização física e química dos Adesivos

FTIR-ATR

Tabela III. 1 – Principais bandas de absorção do infravermelho identificadas nos adesivos [6, 32, 33].

Número de Onda (cm ⁻¹)	Grupos Funcionais	Tipo de Vibração	Intensidade
3200-2800	C-H	Distensão	Fraca/Média
1850-1650	C=O	Distensão	Forte
≈1465	CH ₂	Flexão simétrica	Média/Forte
≈1380	CH ₃	Flexão simétrica	Média/Forte
1260-1000	C-O	Alongamento	Média/Forte
750-700	C-H	Torção	Fraca

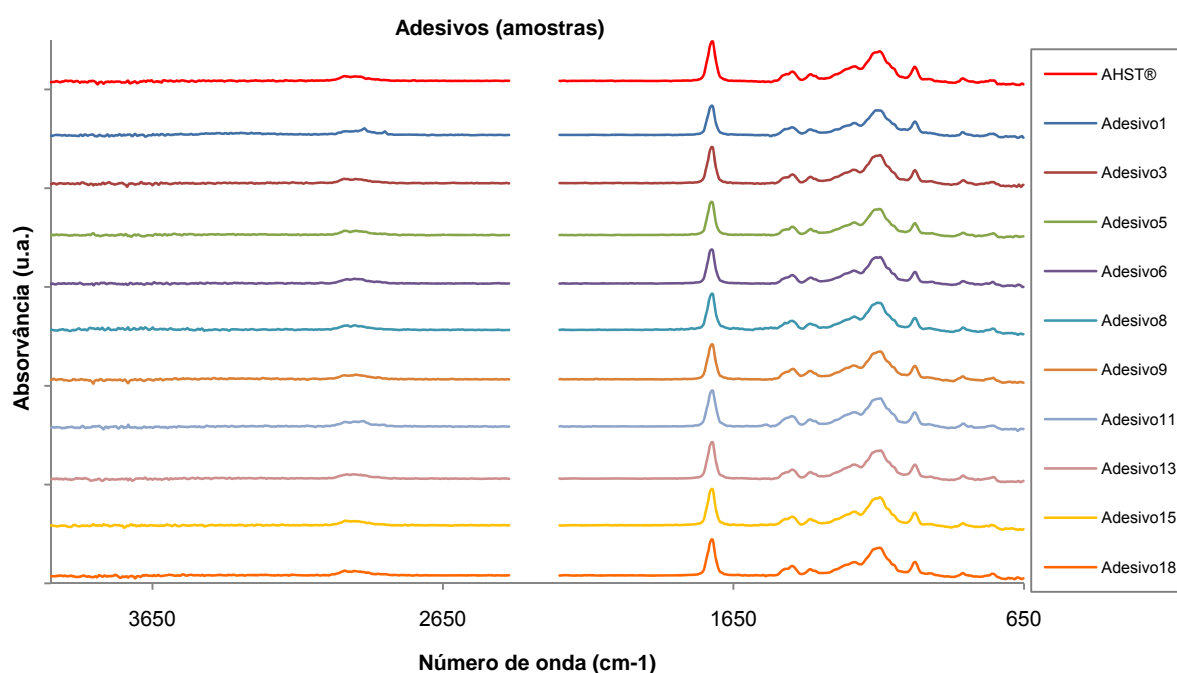


Figura III. 1 - Espectros de absorção de μ -FTIR das dez amostras de adesivo recolhidas das peças pertencentes ao arquivo do Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos e do adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*®.

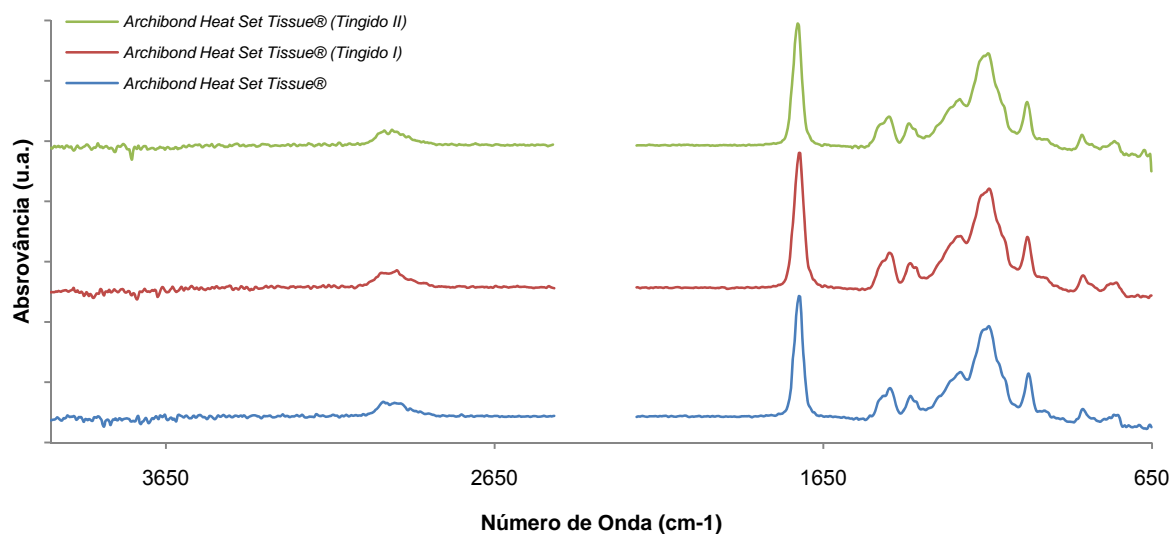


Figura III. 2 – Espectros de absorção de μ -FTIR do adesivo *Archibond Heat Set Tissue*® branco e com dois tipos de tingimento (Tingido I e Tingido II).

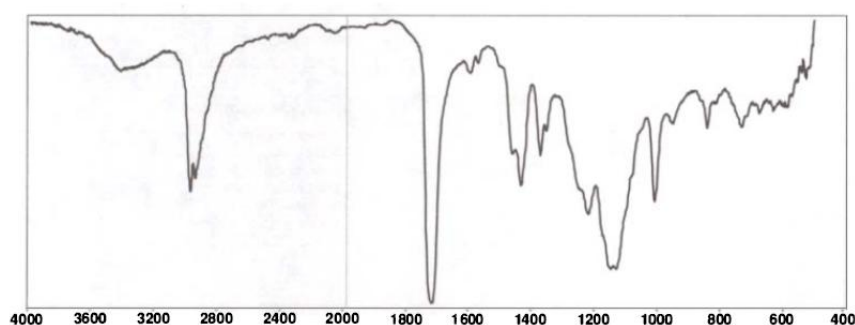
Acryloid B-72: methyl acrylate/ethyl methacrylate copolymer

PROVENANCE	Conservation Materials Ltd.; Rohm & Haas
SOURCE	USA
APPEARANCE	Transparent, colorless, pellets
CHARACTERISTIC IR ABSORPTION BANDS	<div>3100–2800 cm⁻¹ C-H stretching bands</div> <div>1740–1640 cm⁻¹ C=O stretching band</div> <div>1480–1300 cm⁻¹ C-H bending bands</div> <div>1300–900 cm⁻¹ C-O stretching bands</div>

Acrylic

Acrylic resins are a commercially important family of polymers that were first made in 1901 and sold by Rohm & Haas and Du Pont in the United States since the 1930s. Acrylics have many popular uses. They are sold in solid form as glass substitutes under the names of Plexiglas and Lucite; they are also used as adhesives, varnishes, and paint media (Acryloid F-10, Lucite 44, Acryloid B-72). Boscour Artists Colors began selling Magna acrylic-based artist paints in 1949. While the resins are generally soluble in mineral spirits and turpentine, they may also be dispersed in water to form acrylic emulsions such as Rhoplex AC-234. Liquitex, an acrylic emulsion paint, was first marketed in 1954.

VARIETIES: Plexiglas, Lucite, Acryloid, Paraloid, Rhoplex, Liquitex.



IR ANALYSIS LAB
Getty Conservation Institute, 4/30/90

IR ANALYSIS CONDITIONS

Digilab 15E/80
KBr pellet
Ground with KBr
Resolution = 4 cm⁻¹
Scans = 200
Range = 4000–500 cm⁻¹

Acrylic

Synthetic Resin

Figura III. 3 – Espectro de referência de FTIR do *Acryloid B-72* (copolímero acrilato de metilo/metacrilato de etilo), para o adesivo comercial *Archibond Heat Set Tissue*® [6].

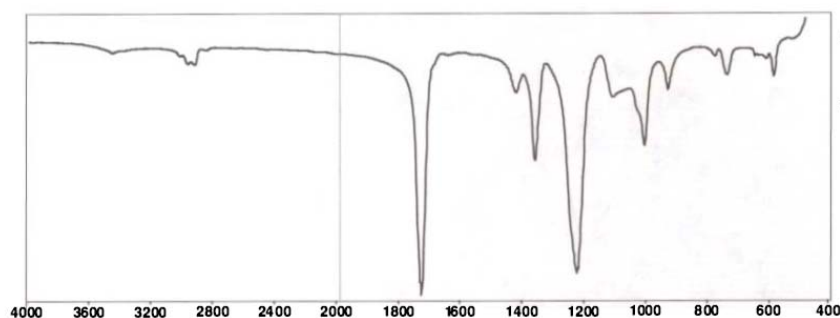
Poly(vinyl acetate)(PVAC)

PROVENANCE	Conservation Materials Ltd.
SOURCE	USA
APPEARANCE	Transparent, colorless, pellets
CHARACTERISTIC IR ABSORPTION BANDS	<div>3100–2800 cm⁻¹ C-H stretching bands</div> <div>1750–1650 cm⁻¹ C=O stretching band</div> <div>1480–1300 cm⁻¹ C-H bending bands</div> <div>1300–900 cm⁻¹ C-O stretching bands</div> <div>750–700 cm⁻¹ C-H torsion band</div>

Poly(vinyl acetate)

Poly(vinyl acetate) (PVAC) was first produced in 1912 and was used as an artists' medium in 1938. Water-based emulsions, or latex, paints have been used as house paints as well as artists' media. Vinyl polymer resins produce clear, hard films and are also used as coatings, hot melts, and adhesives. Other types of vinyl polymers include polyvinyl butyral, polyvinyl chloride, polyvinylidene chloride, and polyvinyl alcohol.

VARIETIES: Poly(vinyl acetate), Vinyliite, Vinylac, Elmer's glue, Vinamul, Mowilith, AYAT.



IR ANALYSIS LAB
Getty Conservation Institute

IR ANALYSIS CONDITIONS

Digilab 15E/80
KBr pellet
Ground with KBr
Resolution = 4 cm⁻¹
Scans = 200
Range = 4000–500 cm⁻¹

Poly(vinyl acetate)

Synthetic Resin

Figura III. 4 – Espectro de referência de FTIR do Poli(acetato de vinilo) (PVAc) para os adesivos *Lamatec*® e *Crompton*® [6].

Colorimetria

Tabela III. 2 – Valores dos parâmetros CIELab, obtidos por Colorimetria efectuada para as amostras de adesivos das peças pertencentes ao Departamento de Informação, Biblioteca e Arquivos, e aos adesivos *Archibond Heat Set Tissue*[®] (com dois tingimentos: tigidol (mais claro), tigidoll (mais escuro)), *Lamatec*[®] e *Crompton*[®].

Provetes de Papel		Parâmetros CIELab (Valor médio ± desvio padrão)		
		L*	a*	b*
Adesivo1		93,5±0,1	-0,6±0,0	7,0±0,2
Adesivo3		93,5±0,1	-0,4±0,0	2,4±0,1
Adesivo5		93,2±0,3	-0,5±0,0	6,1±0,3
Adesivo6		92,5±0,2	-0,4±0,1	13,2±0,9
Adesivo8		92,3±0,1	-0,4±0,0	11,1±0,2
Adesivo9		92,8±0,1	-0,6±0,0	10,6±0,1
Adesivo11		89,9±0,4	1,0±0,2	10,9±0,8
Adesivo13		92,5±0,3	-0,2±0,0	3,4±0,1
Adesivo15		89,8±0,1	1,0±0,1	11,4±0,5
Adesivo18		93,8±0,2	-0,5±0,0	3,1±0,1
<i>Archibond Heat Set Tissue</i> [®]	Tigidol	94,6±0,0	-0,5±0,0	2,8±0,0
	Tigidoll	93,3±0,0	-0,6±0,0	10,0±0,2
<i>Lamatec</i> [®]		93,3±0,4	-0,4±0,1	5,9±1,1
<i>Crompton</i> [®]		93,8±0,0	-0,3±0,0	3,3±0,0

Anexo IV - Ensaios de Remoção dos adesivos das amostras sujeitas a envelhecimento acelerado

Imersão em solvente

Solubilidade dos adesivos:

Tabela IV. 1 – Solubilidade dos polímeros dos adesivos comerciais Archibond Heat Set Tissue® e Filmoplast R®.

Polímeros	Solubilidade	Insolubilidade	Referências
Poli(metacrilato de etilo)	xileno, terebentina, clorofórmio, acetona, acetato de etil, cicloexanona	mineral spirit, hexano, ciclohexano, metanol, álcoois	[10,36]
Poli(acrilato de etilo)	xileno, tetrahidrofurano, acetona, metil isobutil cetona, metanol, butanol, white spirit ^a	acetileno, isobutano	[10,36] ^a resultado experimental deste estudo

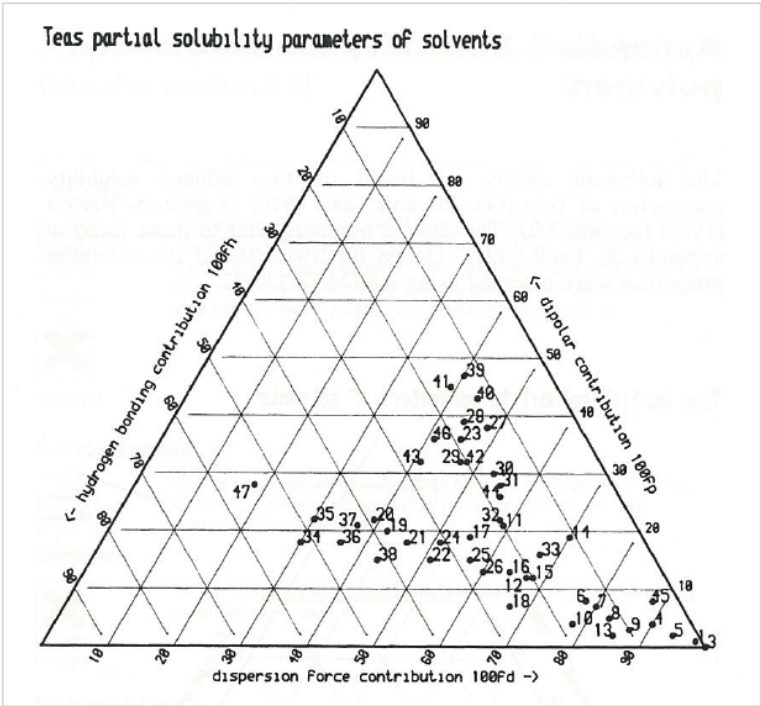


Figura IV. 1 – Triângulo de solubilidade com marcação numérica dos solventes [10].

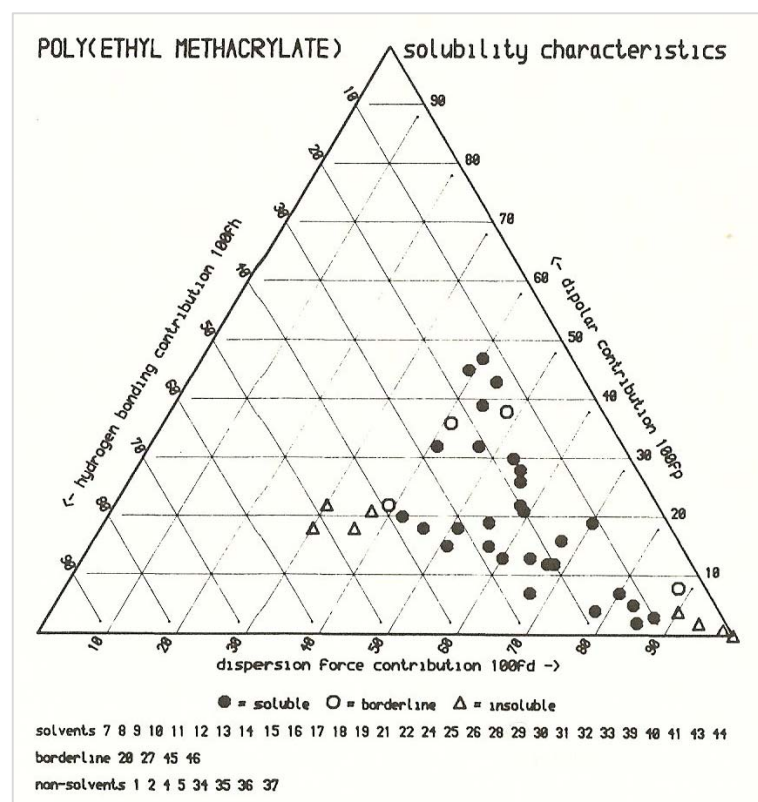


Figura IV. 2 – Triângulo de solubilidade do Poli(metacrilato de etilo). Onde, 29: acetona (CH_3COCH_3) (solúvel), 4: *mineral spirit* (insolúvel) [10].